Postverlagsort Berlin

FRESENIUS' ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

158. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT

MIT 5 ABBILDUNGEN IM TEXT

(ABGESCHLOSSEN AM 8. NOVEMBER 1957)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

1957

Z. anal. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel, und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1^1/_2$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28–30
Fernsprecher 27901
Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 249251

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 158 **Inhaltsverzeichnis** (Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen Seite

Alkemade, C. T. J., und **M. E. J. Jeuken,** Zur Frage des Aluminiumeinflusses auf die Calciumemission in der Flamme. Mit 3 Textabbildungen 401

Maurice, M. J., Die Bestimmung des Gesamtschwefels in Viscose. Mit 1 Textabbildung 410

Geyer, R., und **K. Doerffel,** Maßanalytische Sulfatbestimmung in Wässern. 418

Feigl, F., D. Goldstein und **R. A. Rosell,** Nachweis von Spuren Chlorid in Feinchemikalien 421

Feigl, F., und **D. Goldstein,** Nachweis von primären Nitroparaffinen in der Tüpfelanalyse 427

Pfeil, E., A. Friedrich und **Th. Wachsmann,** Qualitative anorganische Analyse mittels Papierchromatographie, Trennungsgang der gebräuchlichen Kationen 429

Meyer, S., und **O. G. Koch,** Maßanalytische Bestimmung von Arsen als Chinolinarsenmolybdat 434

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Fysisch Laboratorium, Rijks-Universiteit, Utrecht

Zur Frage des Aluminiumeinflusses auf die Calciumemission in der Flamme

Von

C. T. J. Alkemade und M. E. J. Jeuken

Mit 3 Textabbildungen

(Eingegangen am 3. Juni 1957)

1. Einleitung

Der typische Depressionseffekt von Aluminium auf die Lichtemission der Erdalkalien in der Flamme ist Gegenstand zahlreicher Untersuchungen, die sich mit der Anwendung der Flammenmethode auf die Erdalkali- bzw. Al-Bestimmung, oder mit der Beseitigung der Erdalkalistörung bei der Alkalibestimmung beschäftigen (vgl. z. B. [3,4,8,10–12,14]). Einige Autoren[8,10,12] entwickeln auch Hypothesen zur Deutung dieses Depressionseffekts.

Nach der einen Meinung[10,12] wird die Ca-Depression verursacht durch die Bildung besonders schwerflüchtiger bzw. schlecht wärmeleitender Verbindungen (wie $CaO \cdot Al_2O_3$ oder $CaAl_2O_4$) aus den Salzpartikeln des Aerosols. Nach der anderen Meinung[8,9] verbinden sich in der Flamme Aluminium und Calcium (-oxyde) in der Gasphase zu einem schwer dissoziierbaren Komplex, der sich nachträglich als Kondensat oder Sublimat ausscheiden könnte. Von allen Autoren werden zur Unterstützung ihrer Hypothese die hohen Schmelzpunkte der Ca-Al-O-Verbindungen betont. Die Eigenemission des gebildeten Komplexes dürfte zu vernachlässigen sein.

Wir haben versucht, speziell die Beobachtungen von Huldt[8] und Schuhknecht[12] über die Ca-Emission in der Flamme bei zugegebenem Aluminium zu ergänzen, um die erwähnten Hypothesen weiter auf ihre Gültigkeit zu prüfen.

2. Die Versuchsbedingungen

Der benützte Mékerbrenner und „indirekte" Preßluftzerstäuber usw. waren ähnlich wie bereits beschrieben[1]. Die Messungen der Flammenemission erfolgten mit einer Vakuumphotozelle, Wechselstromverstärker und synchronem Wechselstrommeter in Kombination mit einem rotierenden Sektor, der das Licht der Flamme periodisch unterbrach (vgl.[1,13]). Die Bandenemission des Calciums bei 620 mμ wurde mittels eines Interferenzfilters isoliert.

Zur Herstellung der Probelösung wurden Calciumchlorid und Aluminiumnitrat in reinem Wasser gelöst. Mit einer Ausnahme wurden alle Messungen an einer Luft-Acetylenflamme gemacht, deren Temperatur ungefähr 2450° K betrug.

Die unten erwähnten und graphisch dargestellten experimentellen Werte sind Mittelwerte wiederholter Messungen. Wenn nötig wurden Korrekturen für die Emission des Flammenuntergrundes angebracht.

Da der Aluminiumeffekt als eine Erniedrigung des emissionsfähigen Ca-Gehaltes in der Flamme zu deuten ist (und nicht als eine „Anregungsbeeinflussung"; vgl. [8,12]), wurden alle Galvanometerausschläge mittels der auf reine Ca-Lösungen bezogenen Eichkurve in „scheinbare" Ca-Konzentration umgerechnet. Die Eichkurve war praktisch eine durch den Koordinatenursprung gehende Gerade.

3. Die Meßergebnisse

3.1 In Abb. 1 ist die „scheinbare" Ca-Konzentration graphisch dargestellt als Funktion der (wirklichen) Ca-Konzentration in der Lösung,

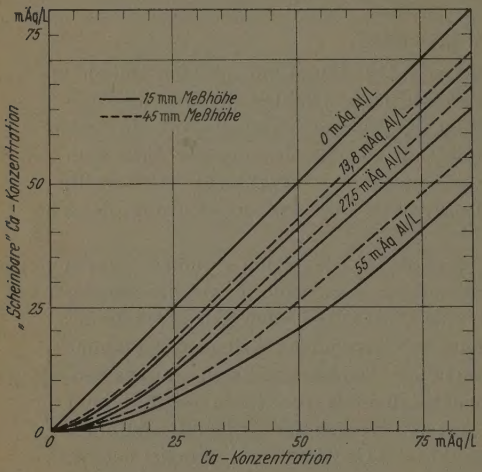


Abb. 1

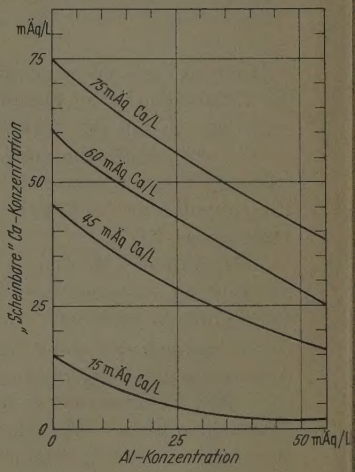


Abb. 2

Abb. 1. „Scheinbare" Ca-Konzentration als Funktion der (wirklichen) Ca-Konzentration in der zerstäubten Lösung, mit der Al-Konzentration als Parameter, auf zwei Meßhöhen über den inneren Verbrennungskegeln einer Acetylen-Luftflamme

Abb. 2. „Scheinbare" Ca-Konzentration als Funktion der Al-Konzentration, mit der (wirklichen) Ca-Konzentration als Parameter, auf 15 mm Meßhöhe über den inneren Kegeln einer Acetylen-Luftflamme

mit der Al-Konzentration als Parameter. Die Meßhöhe in der Flamme betrug 15 mm über den Kegeln der inneren Reaktionszone. Aus Abb. 1 ist Abb. 2 abgeleitet, in der die scheinbare Ca-Konzentration dargestellt ist als Funktion der Al-Konzentration, mit der (wirklichen) Ca-Konzentration in der Lösung als Parameter.

3.2 Eine Ca-freie Probelösung von Al-Nitrat gab keinen wahrnehmbaren Ausschlag.

3.3 Um zu prüfen, inwieweit das Nitrat-Anion eine Depression der Ca-Emission hervorruft (vgl. auch [2]), wurden Ca-Lösungen in der Flamme

zerstäubt, die $27{,}5 \cdot 10^{-3}$ n Salpetersäure, aber kein Al enthielten. Im ganzen untersuchten Konzentrationsbereich von 5 bis zum 60 mÄq Ca/l wurde eine annähernd proportionale Ca-Depression von etwa 11% gefunden.

3.4 Zur Entscheidung, inwiefern diese Depression auf eine Zerstäuberbeeinflussung zurückzuführen ist, wurde auch eine Natriumlösung ohne und mit zugegebener Salpetersäure zerstäubt. Aus der (geringen) Erniedrigung der Na-Emission bei 590 mμ konnte gefolgert werden, daß Zugabe von $27{,}5 \cdot 10^{-3}$n HNO_3 die Substanzzufuhr in die Flamme um höchstens 6% infolge einer Zerstäuberbeeinflussung herabsetzte.

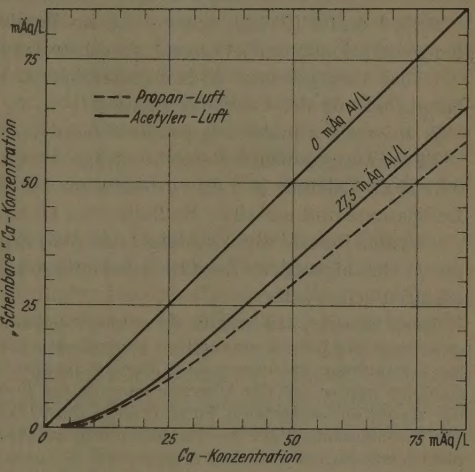


Abb. 3. „Scheinbare" Ca-Konzentration als Funktion der (wirklichen) Ca-Konzentration, mit der Al-Konzentration als Parameter, bei einer Propan-Luft- bzw. Acetylen-Luftflamme, auf geringer Höhe über den inneren Verbrennungskegeln

3.5 Es wurden auch Lösungen von 87 mÄq Na/l (als Chlorid) ohne und mit Zugabe von Al-Nitrat (bis zu 70 mÄq Al/l) in der Flamme zerstäubt. Aus der (geringen) Erniedrigung der Na-Emission kann gefolgert werden, daß bei dem Höchstzusatz von $23{,}5 \cdot 10^{-3}$ Mol/l Al-Nitrat die Depression der Ca-Emission um höchstens 2% durch eine Zerstäuberbeeinflussung des Nitrats erklärt werden kann.

3.6 Die gestrichelten Kurven in Abb. 1 betreffen Messungen der Ca-Emission Al-haltiger Lösungen bei einer Meßhöhe von 45 mm über den Kegeln der inneren Reaktionszone. Es sei bemerkt, daß ein Höhenunterschied von 45—15 = 30 mm einer Verweilzeit der Flammengase von etwa 0,003 sec entspricht (vgl. auch [1]).

3.7 Die gestrichelte Kurve in Abb. 3 gibt die Meßergebnisse wieder, die mit dem gleichen Zerstäuber in einer kühleren Propan-Luftflamme (Temperatur ungefähr 2150° K) auf 10 mm Höhe über den Verbrennungskegeln erhalten werden. Zum Vergleich ist die entsprechende Kurve aus Abb. 1 mit eingetragen.

3.8 Es wurde schließlich ein Versuch ausgeführt, bei dem Ca- und Al-Lösungen getrennt voneinander mittels zweier parallel geschalteter

Zerstäuber in die Flamme gespeist wurden. Der Ertrag (d. h. Ansauggeschwindigkeit × Wirkungsgrad) beider Zerstäuber war annähernd gleich. Die Depression der Ca-Emission betrug (höchstens) nur 2,5% bei einer Al-Nitratkonzentration von 111 mÄq Al/l und zwar sowohl für eine Ca-Konzentration von 10 mÄq Ca/l als auch für eine solche von 60 mÄq Ca/l. Diese Ergebnisse hingen nicht merkbar von der Höhe in der Flamme ab.

4. Diskussion der Meßergebnisse

Abb. 1 und 2 (S. 402) zeigen, daß im Bereich der relativ höheren Ca-Konzentrationen der „Verlust" an scheinbarer Ca-Konzentration:

1. bei vorgegebener Al-Konzentration in erster Annäherung unabhängig ist von der Ca-Konzentration;

2. in erster Annäherung proportional der Al-Konzentration zunimmt.

In dem angegebenen Bereich beträgt der Ca-Verlust ungefähr 1,1 und 0,87 Mole Calcium je 1 Mol Aluminium bei Anwendung der Acetylen-Luftflamme und auf einer Meßhöhe von 15 bzw. 45 mm.

Aus dem Befund unter 3.5 folgt, daß nur ein geringer Teil dieses Verlusts durch eine eigentliche Zerstäuberbeeinflussung des Aluminium-Salzes zu erklären sein dürfte.

Es sei bemerkt, daß man die Zerstäuberbeeinflussung durch Al-Salz mittels Zugabe einer Na-Lösung einwandfrei kontrollieren könnte, weil das Na-Salz selbst die Zerstäubung im untersuchten Bereich praktisch nicht beeinflußt. Dies kann gefolgert werden aus der Übereinstimmung der Form der Natriumeichkurve mit der theoretisch erwarteten Form (welche durch Selbstabsorption bestimmt ist). Die Beeinflussungen der Zerstäubung durch das Al-Salz und das Na-Salz müssen nicht notwendigerweise additiv sein.

Die gefundene Erniedrigung der Ca-Emission soll somit einem *spezifischen* Effekt von Al-Nitrat auf Ca zugeschrieben werden.

Wie sich aus dem S. 403 unter 3.4 und 3.5 Gesagten ergibt, hat HNO_3 in der Tat einen spezifischen Effekt. Nach Litt[2] soll dieser Effekt mit dem Anion und nicht mit dem H^+-Ion verknüpft sein, und könnte also auch auftreten, wenn statt der Säure Al-Nitrat der Ca-Lösung zugegeben wird.

Es ist jedoch aus Abb. 1 leicht ersichtlich, daß der unter 3.3 gefundene HNO_3-Effekt für eine quantitative Erklärung des beobachteten Effekts von Al-Nitrat nicht ausreicht. Außerdem widerspricht die annähernde Unabhängigkeit des Al-Nitrat-Effekts von der Ca-Konzentration (im Bereich höherer Ca-Konzentrationen) völlig dem proportionalen Charakter des HNO_3-Effekts (vgl. 3.3). Die Annahme liegt nahe, daß hier ein typischer Aluminium-Effekt vorliegt, von dem der in 3.3 gefundene besondere HNO_3-Effekt größtenteils verdrängt worden ist.

Unter Berücksichtigung des unter 3.8 erhaltenen Resultats kann man sich folgende Vorstellung von dem spezifischen Al-Effekt und der Verdrängung des HNO_3-Effekts machen. Aus dem Versuch mit zwei Zerstäubern erscheint als notwendige Bedingung des Al-Nitrateffekts der

Umstand, daß das Ca- und Al-Salz sich in den Aerosolpartikelchen *zusammen* finden. Dies bestätigt die in der Literatur[10,12] gemachte Hypothese über die Bildung eines Al-Ca-Komplexes in der festen Phase, jedenfalls vor dem Übergang des Aerosolpartikelchens in die Dampfphase. Sowohl die Unabhängigkeit des „Ca-Verlustes" von der Ca-Konzentration als auch die Proportionalität des „Ca-Verlustes" mit der Al-Konzentration, bei einem Überschuß von Calcium, lassen sich dann zwanglos erklären durch eine Sättigung der Al-Ca-Komplexbildung in der Weise, daß alles vorhandene Aluminium an Calcium gebunden wird unter einem konstanten (mittleren) Mol-Verhältnis. Das abweichende Verhalten im Bereich niedrigerer Ca-Konzentrationen ist dann zu deuten als ein begreifliches Unterbleiben der Sättigung. Für sehr niedrige Ca-Konzentrationen, also bei Überschuß an Aluminium, scheint die Emission ganz zu verschwinden, so daß man annehmen darf, der gebildete Al-Ca-Komplex emittiere selbst kein merkbares Licht im Durchlaßgebiet des benutzten Filters.

Man kann nun verstehen, daß der Depressionseffekt des NO_3-Anions auf das (übrigbleibende) Calcium weitgehend verdrängt wird, wenn man annimmt, daß der Ca-Al-Komplex Sauerstoffatome enthält, welche gerade diesem Anion entnommen werden. Es sollte eine Calciumaluminatverbindung oder dergleichen vorliegen in der Form $Ca_xAl_yO_z$, wie es auch schon von SCHUHKNECHT[12] und MARGOSHES u. VALLEE[10] angenommen worden ist. SCHUHKNECHT hat schon auf die starke Oxydationswirkung des NO_3-Ions hingewiesen zur Erklärung der Tatsache, daß die Ca-Depression bei hinzugegebenem Al-Nitrat viel stärker ist als bei hinzugegebenem Al-Chlorid. Die letzte Beobachtung wurde schon früher von HULDT[8] gemacht. Es dürfte verständlich sein, daß infolge dieser Beteiligung des NO_3-Ions an der Al-Ca-Komplexbildung, der direkte, getrennt beobachtete Depressionseffekt dieses Anions auf Ca merklich zurückgedrängt worden ist.

Der direkte, unter 3.4 gefundene Effekt des NO_3-Ions könnte darin bestehen, daß im Aerosolpartikelchen das Ca bei Flammentemperatur durch NO_3 oxydiert wird so daß eine CaO-Verbindung in der festen Phase entsteht. Die Schwerflüchtigkeit dieser Verbindung hat zur Folge, daß nicht alles Ca sofort in der Flamme in Form leuchtender Atome oder Moleküle bereitgestellt wird, auch dann nicht, wenn der Sättigungsdampfdruck des festen (oder flüssigen) CaO noch gar nicht erreicht worden ist.

Bei einer genaueren Betrachtung erkennt man, daß die Ca-Kurven mit Aluminium in Abb. 1 (S. 402) noch einen (geringen) Neigungswinkel haben zu der Ca-Eichkurve ohne Aluminium im Bereich höherer Ca-Konzentrationen, wo Sättigung des Al-Effekts angenommen werden darf. Dieser proportionale Resteffekt dürfte einer zusätzlichen, noch nicht völlig verdrängten Ca-Depression durch das NO_3-Ion, wie eben erwähnt, zugeschrieben werden. Man beachte, daß in 3.3 die Ca-Depression durch

HNO_3-Zusatz sich als ein Proportionaleffekt herausgestellt hat. Jedenfalls ist dieser Resteffekt zu groß, um durch die unter 3.5 gefundene Zerstäuberbeeinflussung völlig erklärt zu werden.

Unter der Annahme, daß der gebildete Ca-Al-O-Komplex nicht im Gleichgewicht steht mit der Dampfphase des nicht an Aluminium gebundenen Calciums, läßt sich die unter 3.6 gefundene Höhenabhängigkeit der Ca-Depression erklären durch eine fortschreitende Verdampfung und Dissoziation dieses Komplexes. Es ist bemerkenswert, daß im großen und ganzen, allerdings im Bereich höherer Ca-Konzentrationen, die aus Abb. 1 ersichtliche Zunahme der scheinbaren Ca-Konzentrationen mit der Höhe annähernd konstant ist bei gleichbleibender Al-Konzentration, und zunimmt mit zunehmender Al-Konzentration. Dies stimmt mit der Erwartung überein, daß der Absolutwert der verdampften Menge wachsen soll mit zunehmender Gesamtoberfläche des verdampfenden Stoffes. Bei gleichbleibender Zerstäuberwirkung (d. h. gleichbleibender Zahl der Aerosolpartikelchen) wächst notwendigerweise die Gesamtoberfläche aller Ca-Al-O-Partikelchen mit zunehmender Al-Konzentration, und folglich wächst auch die in einem gewissen Zeitintervall verdampfte Menge dieses Komplexes.

Es erscheint also nicht begründet, die Ca-Aluminat-Verbindung als thermisch völlig stabil anzunehmen[5].

Die an der kühleren Propan-Luftflamme gefundene Ca-Depression durch Al-Nitrat sieht quantitativ anders aus als bei der Acetylen-Luftflamme (siehe Abb. 3, S. 403). Dieser Unterschied ist wahrscheinlich auf einen Unterschied in den Flammentemperaturen zurückzuführen, weil der benützte Zerstäuber und somit die Größe der Aerosolpartikelchen usw. die gleichen gewesen sind. Nachträgliche, temperaturabhängige Verdampfungseffekte, wie eben besprochen, können diesen Unterschied kaum erklären, da sich die Messungen mit beiden Flammen auf geringe Höhen über den inneren Kegeln beziehen. Möglicherweise hat die Flammentemperatur einen direkten Einfluß auf das (mittlere) Mol-Verhältnis des aus Ca und Al gebildeten Komplexes. Es sei bemerkt, daß Margoshes und Vallee[10] bereits die Bildung folgender zwei Verbindungen als möglich annehmen: $CaAl_2O_4$ und $Ca_3Al_2O_6$. Das von uns gefundene Mol-Verhältnis bei der Acetylen-Luftflamme (Meßhöhe 15 mm) und bei der Propan-Luftflamme ist 1,1 bzw. 1,4 Mol Ca je Mol Al, was in der Tat auf eine Mischung der ebengenannten Aluminatverbindungen hinweisen könnte.

5. Diskussion einiger Literaturergebnisse

In Übereinstimmung mit unseren Messungen fand auch Cottenie[3] mit einer Acetylen-Luftflamme, daß die Ca-Depression bei Ca-Überschuß, proportional der Al-Konzentration und unabhängig von der Ca-Konzentration war. Das Aluminium wurde als Nitrat zugegeben und alle

Lösungen enthielten einen HNO_3-Überschuß. Das von COTTENIE[3] gefundene Mol-Verhältnis weicht aber einigermaßen vom unsrigen ab und beträgt 0,4 Mol Ca je Mol Al.

Die von COTTENIE[3] erhaltenen Ergebnisse in bezug auf die Ca-Depression durch Aluminium mit einer Beckmanschen Acetylen-Sauerstoffflamme sind weniger eindeutig. Dies ist vielleicht auf den turbulenten und inhomogenen Charakter dieser Flamme (vgl. auch[6]) zurückzuführen.

SCHUHKNECHT[11] fand ebenfalls mit einer Acetylen-Luftflamme eine Depression der Ca-Emission durch Al-Nitrat, die sich bei einem Ca-Überschuß als ziemlich unabhängig von der Ca-Konzentration erwies. Für den gebildeten Komplex geht das Molverhältnis 0,4 Ca: 1 Al hervor. Bei einem Al-Überschuß wurde die Lichtemission bei dem benützten Filter bis zum Verschwinden unterdrückt. Auch unsere Messungen deuten auf eine zu vernachlässigende Eigenemission des Aluminiums oder des Al-Ca-Komplexes in dem Bereich des benützten Ca-Filters. Der gleiche Befund wurde auch von ETTRE u. ÁDÁM[4] bei der Zugabe von Al-Nitrat zu einer Ba-Lösung gemacht.

Das allgemein festgestellte Fehlen einer Restemission bei Überschuß des zugegebenen Aluminiums ist charakteristisch im Vergleich mit der Tatsache, daß bei Zugabe von Schwefel- oder Phosphorsäuren usw. meist eine Restemission gefunden wird (siehe z. B.[2,10]). Eine Restemission wird auch bei Zugabe von Zirkonium und Eisen als Störelementen zu einer Erdalkalilösung beobachtet (vgl.[4]). Zur Erklärung wird angenommen, daß z. B. der Ba-Zr-Komplex eine eigene Flammenemission hervorruft[4].

In der Literatur[8,10,12] findet man Angaben, daß neben dem hier betrachteten Al-Nitrat, auch andere Al-Salze, wie Al-Chlorid, die Ca-Emission erniedrigen, wenn auch in merklich geringerem Maße als das Nitrat. Die aufschlußreichen, semiquantitativen Messungen von HULDT[8] mit einer Acetylen-Luftflamme, wobei auch die Lichtemission von Al und AlO in Betracht gezogen wird, scheinen aber darauf hinzudeuten, daß der $AlCl_3$-Effekt typisch verschieden vom Al-Nitrateffekt ist.

Ein charakteristischer Unterschied besteht darin, daß nach HULDTS Beobachtungen die Ca-Depression *auch* deutlich auftritt, wenn das Al-Chlorid mittels eines zweiten Zerstäubers separat in die Flamme geführt wird (vgl. auch unsere Messungen unter 3.8). Offensichtlich findet bei dem Chlorid die Komplexbildung in der *Gas*phase statt im Gegensatz zu der Komplexbildung bei dem Al-Nitrat. Wir gehen nicht näher auf die Frage ein, ob dieser Komplexbildung in der Gasphase eine nachträgliche Sublimation oder Kondensation folgt (vgl.[8]).

Es könnte merkwürdig scheinen, daß das Al-Nitrat, falls es für sich allein in die Flamme gespeist wird, in viel geringerem Maße zur Komplexbildung mit Ca (in der Gasphase) Anlaß gibt als das Al-Chlorid. Man kann dies durch die Annahme erklären, daß das Aluminium bei Zerstäubung einer Aluminiumnitratlösung unter Einwirkung des Nitrations in der *festen* Phase kräftig oxydiert werde. Der hohe

Siedepunkt oder die Schwerflüchtigkeit des AlO macht dann verständlich, warum in der Flamme nur wenig Al oder AlO (in der Gasphase) bereitgestellt wird. Die Ca-Depression durch irgendeine Komplexbildung in der Gasphase wird dementsprechend auch gering sein, wenn das Al als Al-Nitrat mittels eines zweiten Zerstäubers in die Flamme gebracht wird. In der Tat fand Huldt auch, daß die AlO-Banden und Al-Linien bei einer (reinen) Al-Nitratlösung viel schwächer erscheinen als bei einer (reinen) Al-Chloridlösung.

6. Allgemeine Folgerungen

Die Depression der Ca-Emission durch Aluminium wird bekanntlich zur Al-Bestimmung ausgenützt (vgl. z. B. [6]). Aus dem oben Gesagten geht klar hervor, daß die Art des Anions (z. B. Nitrat oder Chlorid) von wesentlichem Einfluß auf die Eichung dieser Bestimmung ist. Wenn ein Calciumüberschuß zu einer Ca-freien Al-Lösung zugegeben wird, ist der Absolutwert der Ca-Depression nur wenig abhängig von der Menge des zugefügten Calciums (diese Menge ist also nicht kritisch), aber proportional der Al-Konzentration (siehe Abb. 1 und 2, S. 402). Dies gilt allerdings nur, wenn das Aluminium als Nitrat vorliegt.

Zu beachten ist, daß die Ca-Depression durch Aluminium noch von der Meßhöhe über dem inneren Konus abhängen kann (siehe Abb. 1). Bei der Al-Bestimmung soll diese Höhe also gut fixiert sein.

Unsere Messungen (siehe Abb. 3) deuten darauf hin, daß bei Gebrauch des gleichen Zerstäubers die Ca-Depression durch Aluminium bei höherer Flammentemperatur abnimmt; unter anderen Umständen kann aber auch das Gegenteil stattfinden (vgl. die Messungen von Cottenie[3]).

Wegen des (partiellen) Gleichgewichts zwischen den Ca-Atomen und Ca-Molekeln in der Flamme ist zu erwarten, daß die Ca-Depression sich in gleicher Weise bei den atomaren Ca-Linien wie bei den CaO- oder CaOH-Banden auswirkt (vgl. auch [7]). Dies wird durch die Messungen von Huldt[8] bestätigt.

Aus dem Charakter der Al → Ca-Störung geht hervor, daß diese Störung bei der Ca-Bestimmung durch Verdünnung oder Konzentration der Lösung nicht auszuschalten ist. Auch ist diese Störung wegen ihrer spezifischen Wirkung mittels der Leitlinienmethode nicht zu beheben. Der Gebrauch eines Direkt-Zerstäubers statt eines Indirekt-Zerstäubers bietet in dieser Hinsicht auch keinen Vorteil. Wegen des Unterbleibens einer Restemission kann die Al-Störung auch nicht durch „Sättigung" mittels Zugabe eines Übermaßes von Aluminium behoben werden. Solch eine Sättigung ist z. B. wirksam bei der Ausschaltung der Phosphatstörung auf Ca (vgl. [2]) oder bei der Behebung der Zr-Störung auf Ba (vgl. [4]).

Es ist zu erwarten, daß die Aluminiumstörung sich auf die andern Erdalkalien qualitativ in gleicher Weise auswirkt wie auf Ca. Die hier gegebenen Überlegungen dürften somit auch für Ba, Sr usw. Geltung haben.

Zur eindeutigen Klärung aller auftretenden Nebeneffekte scheint es allerdings notwendig, weitere Messungen vorzunehmen, wobei auch die Al-Emission in der Flamme beobachtet werden soll, wie es schon HULDT[8] getan hat.

Zusammenfassung

Mit einem früher beschriebenen Flammenphotometer wurde die Intensität der Ca-Emission bei 620 mμ für verschiedene Konzentrationen von Ca-Chlorid und Al-Nitrat in der Probelösung gemessen. Die Messungen wurden bei zwei verschiedenen Höheneinstellungen in der Flamme und bei zwei Flammen verschiedener Temperatur durchgeführt. Kontrollversuche wurden ausgeführt, um den NO_3-Effekt auf Ca und den Einfluß von Al-Nitrat auf die Wirkung des Zerstäubers festzustellen. Es wurde auch die Größe der Ca-Depression in dem Falle untersucht, daß man das Al-Nitrat mittels eines zweiten Zerstäubers, also separat, in die Flamme brachte.

Die Meßergebnisse stützen die Hypothese, nach der die Ca-Depression bei Zugabe von Al-Nitrat durch die Bildung schwerflüchtiger Ca-Al-O-Komplexe aus den Salzpartikeln des Aerosols zu erklären sei. Bei Überschuß von Calcium oder Aluminium scheint die Bildung dieser Komplexe gesättigt zu werden. Eine Restemission bei Überschuß von Al wurde nicht gefunden. In der Literatur vorhandene Messungsergebnisse an Al-*Chlorid* zeigen, daß in diesem Fall die (viel geringere) Ca-Depression durch die Bildung von Metallkomplexen in der *Gas*phase zu erklären ist.

Aus den durchgeführten Untersuchungen werden Folgerungen für die Praxis der flammenphotometrischen Calcium- und Aluminiumbestimmung gezogen.

Literatur

[1] ALKEMADE, C. T. J.: Diss. Utrecht, 1954. — [2] BAKER, G. L., u. L. H. JOHNSON: Analyt. Chemistry **26**, 465 (1954). — [3] COTTENIE, A.: Diss. Gent, 1955. — [4] ETTRE, K., u. J. ÁDÁM: diese Z. **155**, 105 (1957). — [5] FISCHER, J., u. A. DOIWA: Vortrag Colloq. Spectrosc. Internat. VI, Amsterdam 1956. — [6] HERRMANN, R.: Flammenphotometrie. Springer 1956. — [7] HOLLANDER, T., A. J. BORGERS, u. C. T. J. ALKEMADE: Appl. sci. Res. B **5**, 409 (1956). — [8] HULDT, L.: Ark. Mat., Astronomi Fysik **33** A no. 5 (1946). — [9] HULDT, L.: Diss. Uppsala, 1948. — [10] MARGOSHES, M., u. B. L. VALLEE: Analyt. Chemistry **28**, 180 (1956); vgl. diese Z. **153**, 115 (1956). — [11] SCHUHKNECHT, W.: Optik **10**, 276 (1953); vgl. diese Z. **145**, 193 (1955). — [12] SCHUHKNECHT, W., u. H. SCHINKEL: diese Z. **143**, 321 (1954). — [13] SMIT, J., C. T. J. ALKEMADE u. J. C. M. VERSCHURE: Biochim. biophysica Acta (Amsterdam) **6**, 508 (1951); vgl. diese Z. **136**, 353 (1952). — [14] SPECTOR, J.: Analyt. Chemistry **27**, 1452 (1955); vgl. diese Z. **151**, 359 (1956).

Dr. C. T. J. ALKEMADE, Utrecht, Bijlhouwerstraat 6 (Holland)

Zentral-Analytisches Laboratorium der N. V. Onderzoekingsinstituut „Research" (A.K.U. und damit verbundene Unternehmungen), Arnhem, Niederlande

Die Bestimmung des Gesamtschwefels in Viscose

Von

M. J. Maurice

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 21. Juni 1957)

Einführung

In Viscosebetrieben ist der Gesamtschwefelgehalt der Viscose in Hinsicht auf die Produktionskontrolle eine wichtige Größe. Mit der Bestimmung dieses Gehalts haben sich denn auch schon mehrere Forscher beschäftigt.

Die älteste Methode ist die von D'Ans u. Jäger[1] angegebene acidimetrische Bestimmung, wobei Viscose mit Wasserstoffperoxyd oxydiert wird und die Erniedrigung der Alkalität der Lösung durch Titration bestimmt wird. Nach diesen Autoren gibt die Methode Resultate, die um etwa 0,1% Schwefel höher sind als die Ergebnisse der gravimetrischen Methode, wobei das nach der Oxydation gebildete Sulfat als Bariumsulfat bestimmt wird. Daß die acidimetrische und die gravimetrische Methode verschiedene Resultate ergeben, ist von anderen Autoren bestätigt worden[2,5,12].

Der Gesamtschwefelgehalt der Viscose läßt sich nach Barthélemy u. Williams[2] durch Kochen der Viscose mit einer alkalischen Zinklösung bestimmen, wobei Xanthat und Trithiocarbonat quantitativ in Zinksulfid übergehen. Das gebildete Zinksulfid wird dann jodometrisch bestimmt. Die Autoren erhalten in dieser Weise Resultate, die mit denen der gravimetrischen Methode vergleichbar sind. Flégr u. Berndt[5] haben diese Beobachtung aber nicht bestätigt.

Letztere Autoren schlagen die komplexometrische Bestimmung des nach der Oxydation gebildeten Sulfats vor. Das Sulfat wird mit einer bekannten Menge Bariumchlorid gefällt und der Überschuß des Bariums wird bei p_H 10 mit ÄDTA auf Eriochromschwarz T als Indicator titriert[6,9,15]. Nach Flégr u. Berndt[5] gibt diese Methode dieselben Resultate wie die gravimetrische.

Auch Philipp[11,12] hat die acidimetrische Methode näher untersucht und die Ergebnisse mit denen der gravimetrischen Methode verglichen. Dieser Autor hat auch den Gesamtschwefelgehalt mittels saurer Zersetzung der Viscose und jodometrischer Bestimmung des gebildeten Schwefelwasserstoffs und Schwefelkohlenstoffs bestimmt. Er hat außerdem

festgestellt, daß die acidimetrische Methode zu hohe Werte liefert und daß die Ergebnisse der gravimetrischen und gasanalytischen Methoden gut miteinander übereinstimmen. Die zu hohen Werte der acidimetrischen Methode werden nach PHILIPP[11,12] und DEMUS[4] dadurch verursacht, daß beim oxydativen Angriff der Cellulose Carboxylgruppen entstehen, die bei der Titration miterfaßt werden.

Aus dieser Übersicht der uns bekannten Literatur ergibt sich, daß fast alle Autoren die nach der gravimetrischen Methode erhaltenen Werte als Bezugswerte betrachten.

Unsrer Meinung nach ist dies aber nicht ohne weiteres erlaubt. Diese Meinung gründet sich auf die von WEELDENBURG[14] festgestellte Tatsache, daß bei der Oxydation von Natriumtrithiocarbonat neben Sulfat auch beträchtliche Mengen Dithionat und Ameisensäure gebildet werden. Das Bariumdithionat ist in Wasser löslich und wird deshalb bei der gravimetrischen Methode nicht erfaßt.

Es schien darum wichtig, die Bestimmungsmethoden des Gesamtschwefels in Viscose eingehender zu untersuchen. Bei diesen Untersuchungen wurde der Gesamtschwefelgehalt der Viscose auch durch Erhitzen der Viscose mit einem Gemisch von Salzsäure, Jodwasserstoffsäure und unterphosphoriger Säure ermittelt, indem man die dabei gebildeten Stoffe Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff bestimmte. Mittels des angegebenen Gemisches ist es nach PEPKOWITZ u. SHIRLEY[10] möglich, Sulfat und Elementarschwefel zu Sulfid zu reduzieren. Wir haben das reduzierende Gemisch benutzt, um auch den im Perthiocarbonat und Polysulfid enthaltenen Per- und Polyschwefel zu Schwefelwasserstoff zu reduzieren.

Experimentelles

1. Vergleich der gravimetrischen und acidimetrischen Methode

Zuerst wurden die gravimetrische und die acidimetrische Methode miteinander verglichen. Die angewandte acidimetrische Methode entsprach der von D'ANS u. JÄGER[1] angegebenen Vorschrift. Die gravimetrische Bestimmung wurde auf folgende Weise ausgeführt:

Zu 1 g Viscose wurden 20 ml Wasser, 2 ml 4 n Natronlauge und 3 ml 30%iges Wasserstoffperoxyd zugesetzt; die Lösung wurde während 15 min auf dem Wasserbad erhitzt. Nach Zugabe von 3 Tropfen einer 0,05%igen Osmiumsäurelösung, Kochen und Ansäuern mit 5 ml 4 n Salzsäure wurde mit einem 100%igen Überschuß an Bariumchlorid gefällt und das Bariumsulfat in der üblichen Weise bestimmt.

Nach beiden Methoden wurden 6 Viscosemuster analysiert. Die Resultate sind in Tab. 1 (S. 412) zusammengefaßt.

Diese Beobachtungen bestätigen also die von anderen Forschern erhaltenen Ergebnisse: die acidimetrische Methode liefert höhere Werte als die gravimetrische.

2. Vergleich der gravimetrischen und der komplexometrischen Methode

Die gravimetrische Methode wurde in der oben beschriebenen Weise ausgeführt. Außer mit Wasserstoffperoxyd wurde auch mit Hypobromit oxydiert.

Bei der komplexometrischen Methode wurde die Oxydation in der obengenannten Weise mit Wasserstoffperoxyd vorgenommen. Nach Ansäuern wurden 25 ml 0,1 n Bariumchloridlösung zugegeben; dann wurde wieder 15 min auf dem Wasserbad

Tabelle 1

Gesamtschwefelgehalt in Prozenten			
Nr.	gravimetrisch	acidimetrisch	Differenz
1	2,32	2,38	— 0,06
2	2,32	2,44	— 0,12
3	2,29	2,42	— 0,13
4	2,26	2,39	— 0,13
5	2,32	2,37	— 0,05
6	2,29	2,36	— 0,07
		mittlere Differenz	— 0,09

Tabelle 2

Gesamtschwefelgehalt in Prozenten				
Nr.	gravimetrisch		komplexometrisch	Differenz
	H_2O_2-Oxydation	NaOBr-Oxydation		
7	2,20	2,20	2,20	0
8	2,02	2,04	2,03	— 0,01
9	2,21	2,21	2,20	+ 0,01
10	2,06	2,07	2,08	— 0,02
11	2,04	2,05	2,04	0
12	2,02	2,04	2,04	— 0,02
13	2,10	2,09	2,11	— 0,01
14	2,11	2,10	2,12	— 0,01
15	2,16		2,16	0
16	2,12		2,11	+ 0,01
17	2,16		2,15	+ 0,01
18	2,18		2,17	+ 0,01
19	2,18		2,18	0
20	2,20		2,18	+ 0,02
			mittlere Differenz	0

erhitzt. Nach Abkühlen wurden 25 ml Pufferlösung (p_H 10), 25 ml 4 n Ammoniak, 5 ml Magnesiumkomplexonatlösung (40 g Magnesium-Dikaliumkomplexonat je Liter) und 8 Tropfen der Indicatorlösung (500 mg Eriochromschwarz und 125 mg Dimethylgelb ohne Erwärmen in 100 ml Äthanol gelöst) zugegeben und mit 0,1 n ÄDTA-Lösung bis zum Farbumschlag nach Graugrün titriert. Auch wurde eine Blindbestimmung durchgeführt.

Nach beiden Methoden wurde eine Anzahl von Viscosemustern analysiert. Die Resultate sind in Tab. 2 enthalten.

Die in der Tab. 2 angegebenen Differenzen sind die Differenzen zwischen den Resultaten der gravimetrischen Methode mittels Wasserstoffperoxydoxydation und der komplexometrischen Methode. Es ergibt sich, daß die komplexometrische Methode Werte liefert, die nicht systematisch von denen der gravimetrischen Methode abweichen.

Tabelle 3

Gesamtschwefelgehalt in Prozenten			
Nr.	abgeänderte kompl. Methode	gasanalyt. Methode	Differenz
21	2,50	2,53	— 0,03
22	2,27	2,26	+ 0,01
23	2,12	2,15	— 0,03
24	2,08	2,10	— 0,02
25	2,29	2,32	— 0,03
26	2,17	2,18	— 0,01
27	2,20	2,18	+ 0,02
28	2,29	2,26	+ 0,03
29	1,93	1,96	— 0,03
30	1,94	1,97	— 0,03
31	1,94	1,94	0
32	2,26	2,25	+ 0,01
33	2,26	2,28	— 0,02
34	2,24	2,24	0
35	2,00	2,06	— 0,06
		mittlere Differenz	— 0,01

Dies ist also eine Bestätigung der von Flégr u. Berndt[5] gemachten Beobachtungen. Es ergibt sich auch, daß bei der gravimetrischen Methode kein Unterschied zwischen der Oxydation mit Wasserstoffperoxyd und der mit Hypobromit nachgewiesen werden kann. Dies stimmt mit den Mitteilungen von Philipp[12] überein.

3. Vergleich der abgeänderten komplexometrischen und der gasanalytischen Methode

Die komplexometrische Methode wurde abgeändert und eine wiederholte Oxydation vorgenommen, um festzustellen, ob die bisherige Oxydation mit Wasserstoffperoxyd bzw. Hypobromit genügt oder nicht. Die Ausführung war wie folgt:

1 g Viscose wurde mit 2 ml 4 n Natronlauge und 3 ml 30%igem Wasserstoffperoxyd bis zur Trockne eingedampft. Zum Rückstand setzte man 1 g Natriumperoxyd (Tab. 3, Muster 21—28) oder 0,5 g Natriumcarbonat (Tab. 3, Muster 29—35) zu und erhitzte bis zum Schmelzen. Nach dem Abkühlen wurden 20 ml 4 n Salzsäure zugegeben und das Sulfat wurde komplexometrisch, wie unter 2. beschrieben, bestimmt.

Bei der gasanalytischen Methode wurde 1 g Viscose in 10 ml Wasser mit 50 ml eines Gemisches von 160 ml konzentrierter Salzsäure, 160 ml Jodwasserstoffsäure

(D 1,70) und 45 ml unterphosphoriger Säure (50% w/v) in einem Destillationskolben erhitzt. Vor dem Erhitzen wurde Stickstoff durchgeleitet, um die Luft zu verdrängen, und auch während des Erhitzens wurde ein Stickstoffstrom durch den Apparat geleitet. Der entwickelte Schwefelwasserstoff wurde in 50 ml einer schwach essigsauren Lösung von Kupferacetat (0,02 n), der Schwefelkohlenstoff in 50 ml 0,1 n äthanolischer Kalilauge absorbiert. Nach der Absorption wurde der Überschuß an Kupfer durch Titration mit 0,02 n ÄDTA-Lösung bestimmt[7] und das in der äthanolischen Kalilauge enthaltene Kaliumäthylxanthat wurde nach Verdünnen mittels einer Extinktionsmessung bei 301,5 mμ ermittelt[8]. Das reduzierende Säuregemisch wurde vor dem Gebrauch während 40 min gekocht. Es ist notwendig, zwischen dem Destillationskolben und den Absorptionsgefäßen eine Waschflasche mit verdünnter Schwefelsäure aufzustellen und nicht zu schnell Stickstoff durchzuleiten, damit keine Säuredämpfe in die Kupferlösung gelangen können.

Der Schwefelgehalt wurde aus dem im Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff enthaltenen Schwefel berechnet.

In 15 Mustern wurde nach beiden Methoden der Gesamtschwefelgehalt bestimmt. Die Resultate sind in Tab. 3 (S. 413) zusammengefaßt.

Tabelle 4

Nr.	Gesamtschwefelgehalt in Prozenten komplexom.	acidimetrisch	gasanalyt.	Differenz zwischen den acidimetrisch und gasanalytisch ermittelten Werten
36	1,97	2,14	2,13	+ 0,01
37	1,97	2,19	2,18	+ 0,01
38	2,00	2,18	2,18	0
39	1,94	2,17	2,13	+ 0,04
40	2,21	2,29	2,28	+ 0,01
41	2,01	2,14	2,09	+ 0,05
42	1,94	2,14	2,11	+ 0,03
43	2,20	2,24	2,26	— 0,02
44	1,99	2,11	2,15	— 0,04
45	1,95	2,21	2,20	+ 0,01
46	2,08	2,26	2,27	— 0,01
47	2,02	2,16	2,22	— 0,06
48	2,16	2,30	2,33	— 0,03
49	2,11	2,30	2,35	— 0,05
50	2,03	2,14	2,13	+ 0,01
51	1,94	2,17	2,14	+ 0,03
52	1,96	2,07	2,12	— 0,05
53	1,99	2,22	2,24	— 0,02
54	1,98	2,20	2,18	+ 0,02
55	2,10	2,29	2,26	+ 0,03
		mittlere Differenz		0

Aus den in Tab. 3 aufgeführten Resultaten ergibt sich, daß keine systematischen Unterschiede zwischen beiden Methoden nachgewiesen werden können. Die Methoden geben also die gleichen Resultate.

4. Vergleich der komplexometrischen, der acidimetrischen und der gasanalytischen Methode

Diese drei Methoden wurden durch gleichzeitige Analysen von 20 Viscosemustern miteinander verglichen. Es sei bemerkt, daß bei der komplexometrischen Methode kein Schmelzen mit Natriumperoxyd oder Natriumcarbonat stattfand; es wurde mit Wasserstoffperoxyd oxydiert. Die Ergebnisse sind in Tab. 4 zusammengestellt.

Aus der Tab. 4 geht hervor, daß zwischen den acidimetrisch und den gasanalytisch ermittelten Werten keine systematischen Abweichungen nachgewiesen werden können. Beide Methoden ergeben Werte, die durchschnittlich um 0,17% Schwefel höher liegen als die der komplexometrischen Methode. Diese mittlere Differenz ist größer als auf Grund der in den Tab. 1 und 2 gegebenen Daten zu erwarten wäre, nämlich 0,09% Schwefel. Es muß aber erwähnt werden, daß nach FLÉGR u. BERNDT[5] die Differenz nicht konstant ist, sondern von 0,11—0,44% variieren kann. Der Unterschied zwischen beiden Differenzen darf denn auch nicht als reell betrachtet werden.

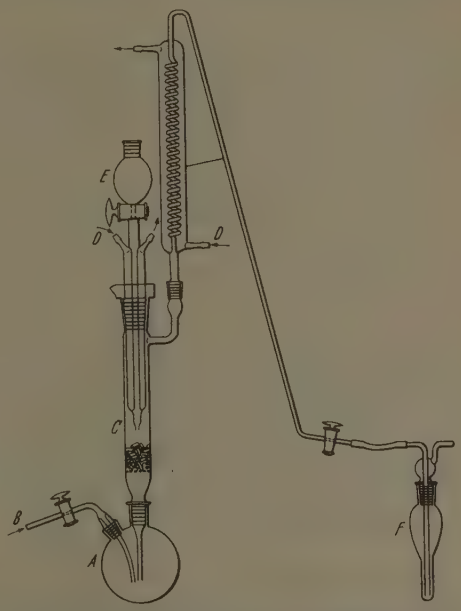


Abb. 1. Apparat zur Bestimmung des Gesamtschwefelgehalts der Viscose. *A* 250 ml-Kolben: *B* Stickstoffeinführung; *C* erhitzbare Kolonne; *D* Wassereinführung; *E* Scheidetrichter; *F* Waschflasche

Um festzustellen, ob nach der gasanalytischen Methode noch höhere Werte erhalten werden können, wurde auf den Destillationskolben eine Kolonne gestellt, die mit dem Säuregemisch gefüllt war. Mittels des Stickstoffstromes wurde die Flüssigkeit in der Kolonne gehalten (Abb. 1).

Die Kolonne wurde erwärmt und in dieser Weise wurden die aus der Viscose entwickelten Gase, nämlich Schwefelwasserstoff, Schwefelkohlenstoff und vielleicht andere schwefelhaltige Gase, noch einmal reduziert. Nach dieser abgeänderten Methode wurden 6 Muster analysiert und die Resultate mit den nach der normalen gasanalytischen Methode erhaltenen Werten verglichen. Sie sind in Tab. 5 (S. 416) gegeben.

Aus folgender Tab. 5 geht hervor, daß eine wiederholte Reduktion der entwickelten Gase die Werte nicht erhöht.

Nach Danilov[3] kann aber in der Viscose auch Thiosulfat vorhanden sein. Nach unseren Erfahrungen werden von dem in Thiosulfat enthaltenem Schwefel durch eine einmalige Behandlung mit dem genannten Säuregemisch nur 60% zu Schwefelwasserstoff reduziert, der übrige Teil entweicht als Schwefeldioxyd. Die gute Übereinstimmung der normalen

Tabelle 5

Gesamtschwefelgehalt in Prozenten			
Nr.	gasanalytisch normal	gasanalytisch abgeändert	Differenz
56	2,11	2,11	0
57	2,20	2,20	0
58	2,12	2,12	0
59	2,20	2,18	+ 0,02
60	2,08	2,08	0
61	2,08	2,10	— 0,02
		mittlere Differenz	0

und der abgeänderten gasanalytischen Methode kann darauf hinweisen, daß in Viscose nur Spuren Thiosulfat vorhanden sind. Auch Sulfit wird vom Säuregemisch nur teilweise zu Schwefelwasserstoff reduziert, nämlich zu 30%. Setzt man der Viscose bekannte Mengen Sulfit zu, so werden diese nach der abgeänderten Methode quantitativ zurückgefunden. Die normale gasanalytische Methode liefert dann zu niedrige Werte, wie aus der Tab. 6 hervorgeht.

Tabelle 6

Gesamtschwefelgehalt in Prozenten						
Nr.	Methode	gefunden	zugegeben	berechnet	gefunden	Differenz
62	normal	2,06	0,07	2,13	2,05	+ 0,08
63	„	2,17	0,07	2,24	2,19	+ 0,05
64	„	2,15	0,07	2,22	2,09	+ 0,13
65	abgeändert	2,23	0,12	2,35	2,36	— 0,01
66	„	1,91	0,13	2,04	2,05	— 0,01
67	„	2,16	0,06	2,22	2,21	+ 0,01
68	„	2,14	0,11	2,25	2,26	— 0,01

Diskussion

Aus den beschriebenen Versuchsergebnissen geht hervor, daß die gravimetrische und die komplexometrische Methode dieselben Resultate liefern. Auch die abgeänderte komplexometrische, die gasanalytische und die acidimetrische Methode geben gleiche Werte, welche jedoch höher

sind als die nach den ersten Methoden festgestellten Zahlen. Die Abänderung der komplexometrischen Methode besteht darin, daß nach der Oxydation mit Wasserstoffperoxyd noch einmal durch Schmelzen mit Natriumperoxyd oder Natriumcarbonat oxydiert wird. In dieser Weise wird mehr Sulfat gefunden als ohne wiederholte Oxydation, was bedeutet, daß mit Wasserstoffperoxyd der in der Viscose enthaltene Schwefel nicht quantitativ zu Sulfat oxydiert wird und daß es also Schwefelverbindungen gibt, die bei der gravimetrischen und der normalen komplexometrischen Methode nicht miterfaßt werden. Dies stimmt mit den Mitteilungen von WEELDENBURG[14] überein, der festgestellt hat, daß Natriumtrithiocarbonat nach Oxydation mit Wasserstoffperoxyd u. a. Dithionat ($Na_2S_2O_6$) liefert. Wird aber nachher mit Natriumcarbonat geschmolzen, so wird aller im Natriumtrithiocarbonat vorhandene Schwefel ermittelt[14]. Es ist deshalb nicht erlaubt, die gravimetrische Methode, wobei nur mit Wasserstoffperoxyd oxydiert wird, als Bezugsmethode zu betrachten.

Auf Grund der guten Übereinstimmung der nach der abgeänderten komplexometrischen, der acidimetrischen und der gasanalytischen Methode erhaltenen Werte muß angenommen werden, daß diese Methoden richtige Resultate liefern. Die abgeänderte komplexometrische Methode und die gasanalytische Methode sind grundsätzlich verschieden, weil sie auf einer Oxydation bzw. Reduktion beruhen; die Bestimmungen des Schwefelwasserstoffs und Schwefelkohlenstoffs sind spezifisch und einwandfrei. Beide Methoden sind also völlig unabhängig voneinander und ergeben doch dieselben Resultate. Hieraus darf geschlossen werden, daß bei der gasanalytischen Methode auch der im Perthiocarbonat und Polysulfid vorhandene Per- und Polyschwefel mittels des Säuregemisches quantitativ zu Schwefelwasserstoff reduziert werden.

Wie die Ergebnisse der untersuchten Methoden durch das Vorhandensein sehr kleiner Mengen Carbonylsulfid beeinflußt werden, konnte nicht festgestellt werden. Die von PHILIPP[13] ermittelten Mengen Carbonylsulfid liegen meistens unter 0,01%, berechnet als Schwefel, und diese Menge liegt innerhalb der Fehlergrenzen aller untersuchten Methoden.

Die Beobachtung, daß die acidimetrische Methode Resultate ergibt, die mit denen der abgeänderten komplexometrischen und der gasanalytischen Methode übereinstimmen, läßt sich nun folgenderweise erklären. Bei der Oxydation der Viscose mit Wasserstoffperoxyd werden u. a. Dithionat und Ameisensäure gebildet[14]. Das acidimetrische Resultat wird durch das Vorhandensein der Ameisensäure erhöht, aber durch das vorhandene Dithionat erniedrigt. Auch können nach PHILIPP[11,12] bei dieser Oxydation noch carboxylhaltige Verbindungen gebildet werden, die das acidimetrische Resultat ebenfalls erhöhen. Es gibt hier also zwei entgegengesetzte Effekte, die offenbar einander kompensieren können.

Zusammenfassung

Die Bestimmung des Gesamtschwefels in Viscose wurde untersucht. Es wurde gezeigt, daß die gravimetrische Bestimmung, wobei mit Wasserstoffperoxyd oxydiert wird, nicht als Bezugsmethode betrachtet werden darf. Eine neue Bezugsmethode wird vorgeschlagen, wobei die Viscose durch Erhitzen mit einem Gemisch von Salzsäure, Jodwasserstoffsäure und unterphosphoriger Säure zersetzt wird.

Mittels der Behandlung mit diesem reduzierenden Säuregemisch werden die in der Viscose vorhandenen Schwefelverbindungen quantitativ in Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff übergeführt.

Der Autor wünscht der Direktion der N.V. Onderzoekingsinstituut „Research" zu danken für die Genehmigung, diese Arbeit zu veröffentlichen.

Literatur

[1] d'Ans, J., u. A. Jäger: Cellulosechemie **16**, 29 (1935); vgl. diese Z. **112**, 289 (1938). — [2] Barthélemy, H. L., and L. Williams: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **17**, 624 (1945). — [3] Danilov, C. N., N. M. Grad u. A. F. Vorobjeva: Ž. obšč. Chim. **19**, 1257 (1949). — [4] Demus, H.: Faserforsch. u. Textiltechn. **7**, 268 (1956). — [5] Flégr, K., u. W. Berndt: Faserforsch. u. Textiltechn. **7**, 397 (1956). — [6] Manns, T. J., M. U. Reschovsky und A. J. Certa: Analyt. Chemistry **24**, 908 (1952); vgl. diese Z. **137**, 455 (1952/53). — [7] Maurice, M. J.: Chem. Weekbl. **52**, 122 (1956); vgl. diese Z. **153**, 212 (1956). — [8] Maurice, M. J.: Mikrochim. Acta, (im Druck). — [9] Munger, J. R., R. W. Nippler and R. S. Ingols: Analyt. Chemistrys **22**, 1455 (1950); vgl. diese Z. **134**, 392 (1951/52). — [10] Pepkowitz, L. P., and E. L. Shirley: Analyt. Chemistry **23**, 1709 (1951); vgl. diese Z. **137**, 287 (1952/53) — [11] Philipp, B.: Chem. Techn. **8**, 77 (1956). — [12] Philipp, B.: Faserforsch. u. Textiltechn. **5**, 210 (1954). — [13] Philipp, B.: Faserforsch. u. Textiltechn. **6**, 13 (1955). — [14] Weeldenburg, J. G.: Diss. T. H. Delft, 1927. — [15] Wilson, H. N., R. M. Pearson and D. M. Fitzgerald: J. appl. Chem. **4**, 488 (1954).

Dr. M. J. Maurice, Dr. J. C. Hartogslaan 30—2, Arnhem, Niederlande

---

Aus dem Institut für analytische Chemie der Technischen Hochschule für Chemie, Leuna-Merseburg

Maßanalytische Sulfatbestimmung in Wässern

Von

R. Geyer und K. Doerffel

(Eingegangen am 26. Juni 1957)

Zur Bestimmung des Sulfatgehaltes in Wässern bedient man sich noch bevorzugt des gravimetrischen $BaSO_4$-Verfahrens[1], das aber eine Reihe systematischer Fehlermöglichkeiten birgt und für Serienanalysen nicht sehr geeignet ist. Andere Methoden auf maßanalytischer und photometrischer Grundlage sind meist indirekter Natur, daher umständlich und

weniger gebräuchlich. J. S. Fritz u. S. S. Yamamura[3] haben kürzlich die direkte Titration mit $BaCl_2$ beschrieben; der erforderliche Adsorptionsindicator (Thorin) ist jedoch kaum erhältlich. Das nachfolgend beschriebene, ebenfalls direkte maßanalytische Verfahren fußt auf einer von R. Geyer[4] angegebenen Arbeitsweise, Sulfat mit $BaCl_2$ und Alizarin S als Adsorptionsindicator zu titrieren.

Einfluß der Härtebildner

Calciumionen, die besonders bei harten Wässern zur Mitfällung von etwas $CaSO_4$ neben $BaSO_4$ führen, wie auch andere Kationen (Fe, Mg), lassen sich durch einen Kationenaustauscher in Natriumform ohne Beeinflussung des p_H-Wertes unwirksam machen. Wir verwenden dazu das Harz KPS 200 von der Farbenfabrik Wolfen.

Arbeitsweise

Säulenlänge 20 cm; Säulenquerschnitt 2 cm^2; Körnung des Harzes 0,1—0,2 mm. Etwa 250 ml des zu untersuchenden Wassers werden durch ein Faltenfilter filtriert und mit einer Geschwindigkeit von einem Tropfen/sec über die Austauschersäule gegeben. Die ersten 50 ml des Percolats sind zu verwerfen.

Zur Regenerierung läßt man 200 ml 1 m NaCl-Lösung durch die Säule laufen und wäscht mit destilliertem Wasser nach. — Etwa 3 Liter eines harten Wassers können durch eine solche Säule fließen, bevor Ca^{2+} durchbricht.

Durchführung der Sulfattitration

Grundlagen und Störungsmöglichkeiten der Sulfattitration sind die gleichen, wie sie R. Geyer[4] beschrieben hat. Das Verfahren ist erprobt worden für einen Konzentrationsbereich von 50—500 mg Sulfat/Liter. Die Titerstellung der $BaCl_2$-Lösung hat empirisch gegen eine Na_2SO_4-Lösung bekannten Gehaltes zu erfolgen.

100 ml des mittels Ionenaustauschers enthärteten Wassers werden auf 25 ml eingedunstet. Man versetzt mit 25 ml Methanol, 2 ml 25%iger Essigsäure und 0,2 ml 0,1%iger wäßriger Lösung von Alizarin S und titriert mit 0,05 n $BaCl_2$-Lösung bis zum Farbumschlag von Gelb nach Rosa. Vorteilhaft ist die Verwendung einer Mikrobürette. Das Herannahen des Umschlagspunktes macht sich durch einen braunen Zwischenton bemerkbar. Ein Blatt weißes Papier hinter dem Titrationsgefäß sowie eine weiße Unterlage erleichtern das Erkennen des Farbwechsels, der so auch bei Kunstlicht einwandfrei festzustellen ist. Der Verbrauch an Maßflüssigkeit soll 15 ml nicht überschreiten, andernfalls wird wegen Verschiebung des Wasser-Methanol-Verhältnisses der Farbumschlag unscharf.

Bei der in gleicher Weise gegen Na_2SO_4-Lösung bekannten Gehaltes (neutralisierte Fixanal-Schwefelsäure) vorzunehmenden Titerstellung der $BaCl_2$-Lösung soll der Verbrauch ähnlich sein wie bei der eigentlichen Bestimmung. Man wird für den angegebenen Konzentrationsbereich mit drei Titerstellungen (z. B. gegen eine Lösung mit 100, 300 und 500 mg Sulfat/Liter) auskommen. — Natürlich können für Sulfattitrationen und Titerstellungen auch andere Volumenbedingungen festgelegt werden.

Genauigkeit des Verfahrens

Um die Genauigkeit des Verfahrens beurteilen zu können, stellten wir zunächst „Wasserproben" von bekanntem Sulfatgehalt her, den wir in der beschriebenen Weise maßanalytisch bestimmten. Tab. 1 zeigt die Resultate:

Tabelle 1

Sulfat vorgelegt mg/l	Sulfat gefunden mg/l	Sulfat vorgelegt mg/l	Sulfat gefunden mg/l
178,0	182,5	416,0	418,4
226,3	231,5	435,2	435,6
338,5	332,2	483,5	484,0
386,8	381,5	580,2	580,0

Die Berechnung der Standardabweichung und der Nachweis, daß das Verfahren frei von systematischen Fehlern ist, erfolgte nach der von W. J. Youden[5] angegebenen Methode.

Tabelle 2

	Trinkwasser				Flußwasser*	
	Leipzig mg/l	Berlin mg/l	Halle mg/l	Merseburg mg/l	Elbe (Dresden) mg/l	Saale (Halle) mg/l
Sulfat titrimetrisch	114	165	299	508	92	344
Sufat gravimetrisch	113	162	291	506	89	340
Cl^-	48	92	102	363	54	248
Ca^{++}	57	98	170	211	45	165
Mg^{++}	12	20	50	23	15	56
Abdampf-rückstand	356	420	884	456	506	934
Glühverlust	86	100	158	148	174	730

* Die organischen Stoffe der beiden Flußwasserproben waren ohne wesentlichen Einfluß auf den Farbumschlag.

Es errechnet sich eine Standardabweichung von $s = \pm 4{,}06$ mg SO_4/l. Das Ergebnis wird mit einer statistischen Sicherheit von 95% innerhalb der Grenzen von 2,447 $s \approx 10$ mg SO_4/l reproduzierbar sein. Die Rechnung ergibt ferner, daß in dem Verfahren kein konstanter und veränderlicher Fehler im Sinne von Youden enthalten ist*.

* Ein anderes Berechnungsverfahren wurde von K. Doerffel[2] nach Abschluß dieser Untersuchungen angegeben.

Schließlich seien noch die Ergebnisse einer Reihe Beleganalysen für Wässer verschiedener Herkunft angeführt (s. Tab. 2).

Tabelle 3

Vorlage:	gefunden mg $BaSO_4$
96,2 mg SO_4, — mg Ca	96,4
96,2 mg SO_4, 80 mg Ca	94,7
144,2 mg SO_4, — mg Ca	143,7
144,2 mg SO_4, 120 mg Ca	137,7
144,2 mg SO_4, 300 mg Ca	136,6

Man erkennt, daß gravimetrisch durchweg etwas niedrigere Werte erhalten worden sind als maßanalytisch. Wir führen dies auf Mitfällung von $CaSO_4$ zurück, was die in Tab. 3 zusammengestellten Kontrollanalysen bestätigen.

Zusammenfassung

Mit der von R. Geyer beschriebenen direkten Sulfattitration kann man den Sulfatgehalt von Wässern bestimmen. Störende Kationen werden an einer Austauschersäule gegen Natrium ausgetauscht. Die Ergebnisse des in einem Konzentrationsbereich von 50—500 mgSO_4/l erprobten Verfahrens schwanken mit einer statistischen Sicherheit von 95% um nicht mehr als $\pm$ 10 mg SO_4/l. Das Verfahren eignet sich besonders für Serienbestimmungen.

Literatur

[1] Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung. Weinheim/Bergstr., Verl. Chemie 1954. — [2] Doerffel, K.: diese Z. **157**, 195, 241 (1957). — [3] Fritz, J. S., u. S. S. Yamamura: Analyt. Chemistry **27**, 1461 (1955); vgl. diese Z. **154**, 283 (1957). — [4] Geyer, R.: diese Z. **146**, 174 (1955). — [5] Youden, W. J.: Statistical Methods for Chemists. New York, J. Wiley & Sons 1951.

Prof. Dr. R. Geyer, Halle/Saale, Neuwerk 7

Laboratorio da Produção Mineral, Ministerio da Agricultura, Rio de Janeiro, Brasil

Nachweis von Spuren Chlorid in Feinchemikalien

Von

F. Feigl, D. Goldstein und R. A. Rosell

(Eingegangen am 16. Juli 1957)

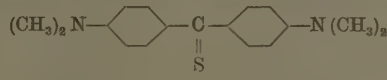
Der zulässige Gehalt an Chlor (in Form von Chlorid) in anorganischen pro analysi-Präparaten schwankt zwischen 0,01—0,0001%. Es ist üblich, Verunreinigungen in dieser Größenordnung, deren Ermittelung für

Reinheitsprüfungen von Wichtigkeit ist, als Spuren zu bezeichnen. Für den Nachweis von Chlorspuren wurde bisher ausschließlich das der quantitativen Bestimmung zugrundeliegende Makroverfahren verwendet. Dieses besteht darin, daß ausgehend von hinreichenden Mengen Probematerial wäßrige Lösungen bereitet werden, in denen (allenfalls in aliquoten Teilen) auf Zusatz von Silbernitrat eine Trübung von Silberchlorid entsteht, die mit der im gleichen Volumen einer verdünnten Kochsalzlösung von bekanntem Gehalt erzeugten Trübung verglichen wird. Die nephelometrische Prüfung ist einfach und zweckmäßig, wenn genug Probematerial vorhanden ist, und wenn unmittelbar nach Bereitung einer Lösung die AgCl-Fällung vorgenommen werden kann. Dies ist indessen nicht immer der Fall, sondern es können zusätzliche und zeitraubende Maßnahmen erforderlich sein, wie die Vorschriften für die Reinheitsprüfung von Alkalichromaten, Chromsäure und Alkalirhodaniden zeigen[1]. Um Chromate (Chromsäure) auf Chlorspuren zu prüfen, muß man die mit Schwefelsäure angesäuerte Lösung von 0,4 g in 10 ml Wasser zunächst durch Zugabe von Alkohol und Erwärmung reduzieren. Hierauf wird mit Ammoniak Chrom(III)-hydroxyd gefällt, dieses filtriert und gewaschen und im Filtrat nach Ansäuern mit Salpetersäure die AgCl-Fällung vorgenommen. Noch viel umständlicher ist die Prüfung auf Chlor in Alkalirhodaniden. Sie erfordert nach Auflösung von 1 g Salz in 25 ml Wasser die völlige Zersetzung von Rhodan, was nur durch wiederholte und andauernde Erwärmung mit 25%iger Schwefelsäure und 7%igem Wasserstoffperoxyd bis zur Beendigung der Bildung von Blausäure (gesonderte Prüfung) zu erreichen ist.

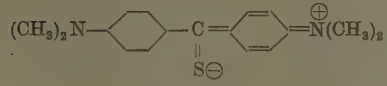
Die angeführten Beispiele, denen noch weitere angeschlossen werden können, zeigen, daß für die Reinheitsprüfung von Feinchemikalien ein mit möglichst kleinen Materialmengen schnell ausführbarer Nachweis von Chlorspuren erwünscht ist. Hierfür bestehen gute Aussichten, weil der geringe Gehalt von beispielsweise 0,001% Chlor in 0,1 oder 0,05 g eines Präparates immerhin noch 1 μg bzw. 0,5 μg Chlor entspricht. Dies sind Mengen, die mit geeigneten Reagentien in der Arbeitsweise der Tüpfelanalyse (wobei häufig weit niedrigere Erfassungsgrenzen erreicht werden[2]) durchaus nachweisbar sein sollten. Bei diesbezüglichen Versuchen wurde gefunden, daß eine bisher unbekannte Farbreaktion mit 4,4'-Bis-dimethylamino-thiobenzophenon (Thio-Michler's Keton) zum Nachweis minimaler Mengen von gelöstem oder gasförmigem Chlor sehr gut geeignet ist. Mit der benzolischen Lösung der Verbindung kann ein gelbes Reagenspapier hergestellt werden, das bei Kontakt mit Chlor blau wird. Dieser Nachweis besitzt eine Erfassungsgrenze von 0,2 μg Chlor, wenn in einem mit dem Reagenspapier bedeckten Mikro-Proberöhrchen aus Alkalichlorid durch Erwärmung mit Chromschwefelsäure Chlor (neben CrO_2Cl_2) freigelegt wird. Durch dieses Verfahren können sehr

schnell Spuren Chlor in 50 mg-Mengen zahlreicher Feinchemikalien nachgewiesen werden. Die Farbreaktion ist nicht spezifisch für Chlor, da Brom und Jod sich analog verhalten und diese Halogene aus den betreffenden Salzen durch Erwärmung mit Chromschwefelsäure freigelegt werden. (Die Erfassungsgrenzen sind 0,2 μg Br und 5 μg J.) Dieser Mangel an Spezifität besteht aber auch bei der nephelometrischen Prüfung auf Chlor in Feinchemikalien, durch die zugleich Bromide und Jodide erfaßt werden.

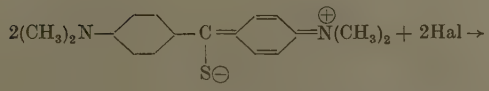
Die Farbreaktion des wasserunlöslichen 4,4'-Bis-dimethylaminothiobenzophenon (I) dürfte auf einer Redoxreaktion beruhen. Dafür spricht, daß salpetrige Säure (in Gasform), Eisen(III)-salze (in wäßriger Lösung), Dibenzoylperoxyd (in alkoholischer Lösung) und Bleidioxyd (in wäßriger Suspension) gleichfalls mit I unter Blaufärbung reagieren*. Die Annahme ist naheliegend, daß I in seiner tautomeren Zwitterionenform (II) zu einer blauen p-chinoiden Verbindung (III) oxydiert wird. Für die Umsetzung mit Halogenen könnte demnach gelten:

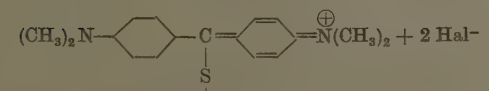


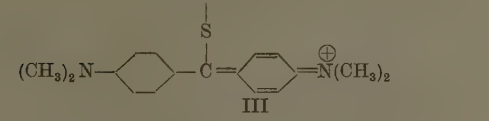
I



II (1)







III (2)

Das blaue Oxydationsprodukt III konnte bisher nicht in analysenreiner Form isoliert werden. Für die hier gemachte Annahme spricht, daß bei Vereinigung ätherischer Lösungen von I und Jod ein blau-

* Nach Gehauf u. Goldenson[4] ist Thio-Michlers Keton ein empfindliches Farbreagens für Hg-, Ag-, Cu-, Au-, Pt- und Pd-Ionen. Vermutlich handelt es sich auch hier um Redoxreaktionen.

schwarzer Niederschlag entsteht, der nach Waschen mit Äther in warmem Wasser mit blauer Farbe löslich ist; in dieser Lösung entsteht auf Zusatz von Silbernitrat eine Trübung von Silberjodid. Im Einklang mit der kationischen Natur des Oxydationsproduktes steht auch, daß verdünntes Chlor- oder Bromwasser sowie Lösungen von Chloramin T beim Schütteln mit einer benzolischen Lösung des Thioketons eine blaue Farbe annehmen*.

Im Zusammenhang mit dem Chemismus der Farbreaktion ist das Verhalten von Wasserstoffperoxyd von Interesse. Wird eine 3—15%ige Lösung mit einer benzolischen Lösung des Thioketons geschüttelt, so bleibt nach Entmischung die wäßrige Schicht farblos. Hingegen entsteht nach Zugabe minimaler Mengen von Alkalijodid oder Molybdat eine blaue wäßrige Schicht. Die Erklärung für die Auslösung der Farbreaktion durch Jodide ist, daß diese mit Wasserstoffperoxyd Jod bilden, welches das Thioketon sehr schnell zur blauen wasserlöslichen Verbindung III oxydiert. Hierbei werden Jodionen zurückgebildet, auf die Wasserstoffsuperoxyd neuerlich einwirkt. Diese Redoxreaktionen, die sich teils in der wäßrigen, teils in der benzolischen Phase und auch an deren Grenzfläche abspielen, wiederholen sich fortlaufend. Die Wirksamkeit von Molybdationen beruht darauf, daß sie mit Wasserstoffperoxyd Permolybdationen bilden, die ein höheres Oxydationspotential besitzen[3] als Wasserstoffperoxyd und daher das Thioketon oxydieren. Hierbei werden Molybdationen zurückgebildet, die neuerlich durch Wasserstoffperoxyd in wirksame Permolybdationen übergeführt werden. Es handelt sich demnach bei der durch J^-- und MoO_4^{2-}-Ionen bewirkten Aktivierung des Wasserstoffperoxyds um katalytische Effekte durch die Einschaltung von schnellverlaufenden Zwischenreaktionen, an denen die genannten Anionen beteiligt sind. Analog wie Molybdän verhalten sich andere anorganische Persäurebildner**.

Wie früher erwähnt, ist der hier beschriebene Nachweis von Spuren Chlorid bei Anwesenheit von Jodiden und Bromiden nicht eindeutig. Das Verfahren ist auch nicht unmittelbar anwendbar zum Nachweis von Chloridspuren in Nitraten oder Nitriten, da diese unter den Versuchsbedingungen Stickoxyde bilden, die in der Gasphase das Reagenspapier rot bzw. blau färben. Diese Einschränkungen sind bei der Reinheitsprüfung von Feinchemikalien zu beachten. (Nitrate von Schwermetallen können durch einmaliges Ausglühen zersetzt werden. Hierbei

* Zur Realisierung der Farbreaktion ist ein Überschuß des Thioketons erforderlich. Aus diesem Grunde ist der Nachweis sehr kleiner Mengen dieser organischen Verbindung mit Chlor- oder Bromwasser unsicher.

** Nach orientierenden Versuchen dürfte es möglich sein, die katalytische Aktivierung von Wasserstoffperoxyd zum empfindlichen Nachweis von Jodid (auch neben Bromid und Chlorid) sowie von Persäurebildnern zu verwenden.

erfolgt Überführung in das entsprechende Oxyd unter Abgabe von N_2O_4. Die Prüfung auf Chlor kann dann im Glührückstand ausgeführt werden. (Vgl. Tab. 1.)

Tabelle 1

Verbindung	Herkunft	% Chlor*	Ausfall der Farbreaktion mit			
			100 mg	50 mg	10 mg	5 mg
$K_4Fe(CN)_6$	Schering-Kahlbaum	0,003		++	—	
$K_3Fe(CN)_6$	Baker	0,006		++	+	—
$K_2Cr_2O_7$	Merck	0,001	++	±	—	
CuO black	Baker	0,003		++	+	
PbO_2**	Merck			+	—	
PbO**	Schering-Kahlbaum	0,003	±	—		
Al_2O_3	Baker	0,001		++	+	—
Cr_2O_3	Baker	0,0005	+	—		
HgO red	Merck		+	—		
CrO_3	Baker	0,005	+	±	—	
MoO_3	Baker	0,003		+	±	—
Sb_2O_5	Coleman and Bell	0,02		+	±	
NH_4SCN***	Baker	0,001		++	±	—
KCN	Baker	0,05			++	+
KSCN***	Baker	0,007			+	—
$NiSO_4 \cdot 6H_2O$	Baker	0,0005	+	—		
$NiSO_4 \cdot 6H_2O$	Mallinckrodt	0,0000	—			
$FeSO_4 \cdot 7H_2O$	Merck	0,0008	+	—		
$Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$	Baker	0,0002	+	±		
$Pb(NO_3)_2$**	Coleman and Bell	0,001		+	—	
Pb-acetat	Coleman and Bell	0,005	+	—		
Ca-Formiat	Baker	0,002		+	—	
Na-Citrat	Baker	0,002		++	—	
Oxalsäure	Merck	0,0005	+	—		

* Angabe über effektive bzw. maximal zulässige Cl-Gehalte.
** Vor Anstellung der Probe geglüht.
*** Vor Anstellung der Probe mit CaO vermischt und geglüht.

Reagentien

1. Chromschwefelsäure. Gesättigte Lösung von Kaliumchromat in konz. Schwefelsäure, die etwa 30 min im siedenden Wasserbad zu erwärmen ist, um Spuren Chlorid aus dem Säuregemisch zu entfernen.

2. Thio-Michlers Keton-Papier. Quantitatives Filtrierpapier wird mit einer 0,1%igen Lösung von 4,4-Bis-dimethylamino-thiobenzophenon in Benzol getränkt und an der Luft getrocknet. Das in Scheibchen geschnittene gelbe Reagenspapier ist in dunkeln Gefäßen aufbewahrt wochenlang haltbar.

Arbeitsweise

In ein etwa 2 cm hohes Mikro-Proberöhrchen wird eine kleine Menge des zu prüfenden festen Präparates gebracht oder allenfalls ein Tropfen der neutralen oder schwach alkalischen Probelösung zur Trockene verdampft. Nach Zusatz von 4 Tropfen der Chrom-Schwefelsäure wird mit einem Glasfaden verrührt. Es ist darauf zu achten, daß das obere Ende des Röhrchens nicht von Säure benetzt wird. Das mit einem Scheibchen Reagenspapier bedeckte Proberöhrchen wird zu etwa

$^3/_4$ in ein siedendes Wasserbad gehängt. Je nach der Menge Chlor entsteht auf dem gelben Papier innerhalb $^1/_2$—4 min ein mehr oder weniger intensiv blauer Fleck.

Das Resultat von Prüfungen an 25 analysenreinen Präparaten ist aus Tab. 1 (S. 425) zu entnehmen.

Die bisherigen Versuche zeigen, daß in 100 mg-Mengen von Feinchemikalien ein Chlorgehalt bis 0,0005% einwandfrei nachweisbar ist und zum Nachweis höherer Chlorgehalte 5—50 mg des Probematerials ausreichen. Für Zwecke der Reinheitsprüfung kann demnach die Materialmenge fixiert werden, bei der der hier beschriebene Nachweis (mit der Erfassungsgrenze 0,2 μg Cl) versagen muß, wenn der Prozentgehalt an Chlor unterhalb einer bestimmten Grenze liegt.

Zur Prüfung auf Spuren Salzsäure in konz. Schwefelsäure werden in einer Mikroeprouvette 5 Tropfen mit 2 Tropfen Chromschwefelsäure verrührt und nach Bedeckung des Gefäßes mit einem Scheibchen Reagenspapier 4 min im siedenden Wasserbad erwärmt. Eine konz. Schwefelsäure (D 1,84) mit einem Gehalt von 0,00006% Chlor zeigt einen deutlich positiven Ausfall der Farbreaktion. Die gleiche Menge der Säure (etwa 200 mg) 30 min auf 100° C erwärmt, erwies sich bei der daranschließenden Prüfung als chlorfrei. Es handelt sich demnach zweifellos um Spuren Salzsäure in der konz. Schwefelsäure, die durch Erwärmen entfernbar sind.

Nachweis von Silberchlorid neben Silberrhodanid, Silbercyanid und Silberhexacyanoferrat(II) oder -(III)

Durch Erwärmung mit der Chromschwefelsäure wird nicht nur aus wasserlöslichen Chloriden, sondern auch aus dem unlöslichen Silberchlorid Chlor in Freiheit gesetzt, das in der Gasphase mit Thio-Michlers Keton reagiert. Dies ermöglicht den Nachweis von Silberchlorid neben den anderen oben genannten Silbersalzen.

Zur Überprüfung des Verfahrens wurden 0,1 g Kaliumrhodanid (mit einem Gehalt von 0,007% Cl) in einem Zentrifugenrohr in 10 ml Wasser gelöst, überschüssiges Silbernitrat wurde zugesetzt und der Niederschlag nach Erwärmung im Wasserbad durch Zentrifugieren gesammelt. Der mit Wasser gründlich gewaschene Niederschlag wurde nach dem Trocknen etwa zur Hälfte in eine Mikroeprouvette gebracht, dort verglüht und nach Erkalten mit Chromschwefelsäure erwärmt. Der Ausfall der Chlorreaktion ist deutlich positiv.

Es genügt demnach die Anstellung der Chlorprobe mit geglühtem Silberrhodanid, um darin Spuren von Silberchlorid nachzuweisen. In analoger Weise lassen sich kleine Mengen AgCl neben AgCN, $Ag_4[Fe(CN)_6]$ und $Ag_3[Fe(CN)_6]$ nachweisen. Zu beachten ist, daß auch aus AgBr und AgJ durch Erwärmung mit der Chromschwefelsäure Brom bzw. Jod in Freiheit gesetzt wird.

Über die Anwendung der Farbreaktion mit 4,4′-Bis-dimethylaminothiobenzophenon zum Nachweis von Chlor in Gesteinen oder Mineralien, sowie zum Nachweis von Perchlorat wird an anderen Stellen berichtet werden.

Wir danken den Conselho Nacional de Pesquisas für die Förderung bei der Ausführung dieser Arbeit.

Literatur

[1] Amer. chem. Soc. Specifications, Washington 1950. — [2] Feigl, F.: Spot Tests in Inorganic Analysis, 5th ed. N. Y. 1954. — [3] Feigl, F., u. Cl. Costa Neto: Mh. Chem. **86**, 336 (1955); vgl. diese Z. **150**, 363 (1956). — [4] Gehauf, B., u. J. Goldenson: Analyt. Chemistry **22**, 498 (1950); vgl. diese Z. **134**, 118 (1951/52).

Prof. Dr. Fritz Feigl, Lab. da Prod. Mineral, Min. da Agricultura, Av. Pasteur 404, Rio de Janeiro (Brasilien)

Laboratorio da Produção Mineral, Ministerio da Agricultura, Rio de Janeiro, Brasil

Nachweis von primären Nitroparaffinen in der Tüpfelanalyse

Von

F. Feigl und D. Goldstein

(Eingegangen am 16. Juli 1957)

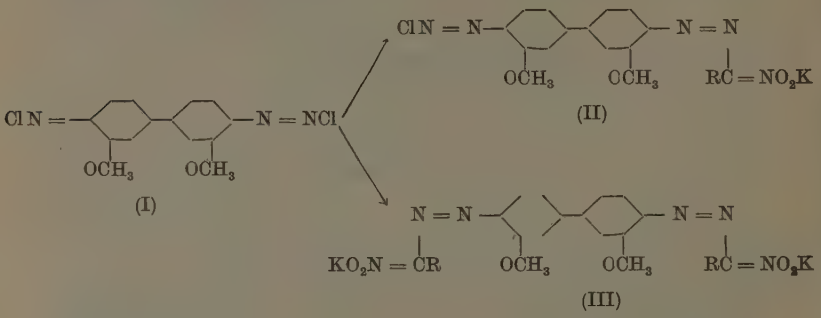
Von Meyer u. Ambühl[3] sowie von Friese[2] ist festgestellt worden, daß alkalische Lösungen von Nitroäthan und Nitromethan mit Diazobenzolsalzen rote, wasserlösliche Alkalisalze von Azo-Nitroäthyl-(bzw. methyl-)phenyl bilden. Der Farbreaktion liegt die Bildung von Alkalisalzen der Aciform der Nitroparaffine[1] und deren Kuppelung mit Diazobenzol[2] zugrunde:

$$R\,CH_2NO_2 + KOH \rightarrow R\,CH = NO_2K + H_2O \qquad (1)$$

$$R\,CH = NO_2K + C_6H_5N = NX + KOH \rightarrow RC\begin{matrix}\diagup\,NO_2K \\ \diagdown\,N = NC_6H_5\end{matrix} + \\ + KX + H_2O \qquad (2)$$

Gemäß dem Prinzip der Gruppenwirkung in organischen Verbindungen war zu erwarten, daß andere primäre Nitroparaffine analog reagieren. Dies ist von Turba, Haul u. Uhlen[5] erkannt und für die colorimetrische Bestimmung von Angehörigen dieser Verbindungsklasse verwertet worden. Es war daher naheliegend, zum Nachweis von primären Nitroparaffinen in der Tüpfelanalyse die in alkalischer Lösung eintretende Kuppelung mit Diazoniumsalzen heranzuziehen. Diesbezügliche Versuche wurden zunächst unter Einhaltung der von Turba u. Mitarb. angegebenen Bedingungen ausgeführt. Bei mg-Mengen von primären Nitroparaffinen waren die Resultate ausgezeichnet. Hingegen war der Nachweis von μg-Mengen nicht befriedigend, weil das Reagens nicht farblos ist und dadurch die bei Kuppelungsreaktionen mit Diazoniumsalzen zu erwartende Empfindlichkeit nicht erreicht wird. Bessere Resultate wurden erhalten bei Verwendung stabiler Diazoniumsalze an

Stelle von selbstbereiteten Diazoniumsalzlösungen. Die Anregung hierzu verdanken wir interessanten Befunden von Neu[4], nach denen im Handel erhältliche stabile Diazoniumsalze sich als Reagentien bei papierchromatographischen Nachweisen und zur Kenntlichmachung von Oxyderivaten von Phenyl-benzo-γ-pyron bewähren. Als für unsere Zwecke besonders geeignet hat sich die nahezu farblose alkoholische Lösung von Echtblau B (Tetraazotiertes Di-o-Anisidin) erwiesen. Diese Verbindung (I) erzeugt in alkalischen Lösungen von primären Nitroparaffinen eine intensive Orangefärbung. Es ist anzunehmen, daß hierbei die Kuppelungsprodukte II bzw. III entstehen:



Für die Annahme der Bildung von mono- und di-Kuppelungsprodukten spricht, daß das Reaktionsbild verschieden ist, je nachdem ob der Nachweis auf einer Tüpfelplatte (in einer Mikroeprouvette) oder auf Filterpapier ausgeführt wird. Im ersten Falle entsteht eine Orangefärbung, im zweiten Fall ein roter Fleck oder Ring. Die Farbreaktion auf Filterpapier ist wesentlich empfindlicher.

Arbeitsweise

Auf Filterpapier wird ein Tropfen der Reagenslösung gebracht und mit je einem Tropfen der alkoholischen Probelösung und 0,5 n Natronlauge getüpfelt. Je nach der Menge an primärem Nitroparaffin entsteht ein orangefarbener Fleck oder Ring, der schnell rot oder rosa wird.

Erfassungsgrenze: 0,5 μg Nitromethan, Nitroäthan, Nitropropan.

Reagens

Frisch bereitete gesättigte Lösung von Echtblau B in Äthylalkohol.

Der hier beschriebene Nachweis ist nicht anwendbar bei Gegenwart organischer Verbindungen, die mit Diazoniumsalzen in alkalischer Lösung kuppeln. In Betracht kommen vor allem Phenole und primäre aromatische Amine. Auf diese Verbindungen kann vorher mit schnell ausführbaren empfindlichen Tüpfelreaktionen geprüft werden[1]. Von primären aromatischen Aminen können Nitroparaffine leicht getrennt

werden durch Schütteln der ätherischen Lösung mit verdünnter Salzsäure, wobei Chloride von Basen in der wäßrigen Schicht verbleiben. Die ätherische Lösung kann dann auf primäre Nitroparaffine geprüft werden. Eine für Zwecke der Tüpfelanalyse befriedigende Trennung von Nitroparaffinen und Phenolen ist uns bisher nicht gelungen.

Wir danken dem Conselho Nacional de Pesquisas für die Förderung bei der Durchführung dieser Arbeit.

Literatur

[1] Vgl. Feigl, F.: Spot Tests in Organic Analysis, 5 th Ed. N. Y. 1956, Kap. 4. — [2] Friese, P.: Ber. dtsch. chem. Ges. 8, 1078 (1875). — [3] Meyer, V., u. G. Ambühl: Ber. dtsch. chem. Ges. 8, 1073 (1875). — [4] Neu, R.: diese Z. **151**, 321 (1956). — [5] Turba, F., R. Haul und G. Uhlen: Angew. Chem. **61**, 74 (1949).

Prof. Dr. Fritz Feigl, Lab. da Prod. Mineral, Min. da Agricultura, Av. Pasteur 404, Rio de Janeiro (Brasilien)

Aus dem Chemischen Institut der Universität Marburg

Qualitative anorganische Analyse mittels Papierchromatographie, Trennungsgang der gebräuchlichen Kationen

Von

E. Pfeil, A. Friedrich und Th. Wachsmann

(Eingegangen am 8. Juli 1957)

Obwohl in der Literatur bereits zahlreiche Spezialaufgaben mittels der Papierchromatographie gelöst worden sind, fehlt doch anscheinend bis heute ein geschlossener Trennungsgang, der sich allein auf der Papierchromatographie aufbaut (Literaturzusammenstellungen vgl. u. a.[1,2,5]). Ein solches Verfahren hätte vor allem den Vorteil, daß außer den Gruppentrennungen keinerlei weitere Operationen zur Scheidung der Ionen notwendig wären. Die Chromatogramme könnten gegebenenfalls ohne Schwierigkeiten quantitativ ausgewertet werden. Nachteilig ist lediglich, daß eine relativ große Zeitspanne verstreicht, bis ein Ergebnis vorliegt, bei der aufsteigenden Arbeitsweise etwa 10 Std, bei Ringchromatogrammen größenordnungsmäßig 1 Std. Allerdings lassen sich in dieser Zeit mehrere Analysen nebeneinander erledigen, so daß sich bei Serienarbeit der Mangel unter Umständen mehr als ausgleicht.

Vor einiger Zeit hat der eine von uns[4] ein Verfahren zur papierchromatographischen Auftrennung der Schwefelwasserstoffgruppe angegeben. Im Anschluß daran soll hier zunächst über Verbesserungen der Methode, dann über die Auftrennung der Platin-, Schwefelammonium-,

Ammoniumcarbonat- und Alkaligruppe berichtet werden*. Damit liegt nun ein vollständiger Trennungsgang der gebräuchlichen Kationen vor.

H_2S-Gruppe. Als Papier verwenden wir die Sorte Binzer 202, die sich ausgezeichnet bewährt hat (Herst. Papierfabrik I. C. Binzer, Hatzfeld/Eder). Zur Auftrennung der H_2S-Gruppe arbeitet man mit dem neuen Papier am besten mit Butanol, an 3 n HCl gesättigt, als Fließmittel. Unterstützt durch eine differenzierte Entwicklung gelingt damit der Nachweis von 14 Kationen in einem Chromatogramm. Tab. 1 orientiert über die R_f-Werte, Entwicklungsverfahren und Grenzkonzentrationen. (Über Einzelheiten des Entwicklungsverfahrens vgl. auch[4].)

Tabelle 1

R_f-Werte, Entwicklung und Grenzkonzentrationen für die Kationen der H_2S-Gruppe. Fließmittel Butanol-3 n Salzsäure, aufsteigende Arbeitsweise, Papier Binzer 202

Kation	R_f-Wert	Entwickler	Grenzkonzentrationen µg/Starrfleck
Ag^{I}	0,0	Licht oder H_2S	5
Cu^{II}	0,22	KJ-Lösung	1
Pb^{II}	0,32	KJ-Lösung	0,5
Sb^{V}	0,39	KJ-Lösung	2
(Au^{III})	bis 0,4	ohne Entwicklung blau d. koll. Gold	
Ge^{IV}	0,49	Quercetin	10
Te^{IV}	0,56	H_2S	2
Mo^{V}	0,62	H_2S, teilweise	1
Mo wird im Chromatogramm stets zu Mo-Blau reduziert und läuft als solches mit R_f 0,87, ohne Entwicklung sichtbar			
Bi^{III}	0,65	KJ-Lösung	2,5
Se^{IV}	0,73	H_2S	5
As^{V}	0,83	KJ-Lösung	0,4
Cd^{II}	0,85	$(NH_4)_2S$-Lösung	3
Sn^{IV}	0,92	Quercetin	10
Hg^{II}	0,94	KJ-Lösung; H_2S	2

Günstigste Konzentration 10—30 µg Kation je Startfleck.

Tabelle 2. *R_f-Werte und Entwicklungsverfahren für die Elemente der Platingruppe. Fließmittel Butanol-3,0 n Salzsäure, Papier Binzer 202, aufsteigendes Chromatogramm*

Metall	R_f-Wert	Reagens	Farbe
Os	0,93	Thioharnstoff	rot (längeres Erwärmen)
Pt	0,88	KJ-Lösung	rotbraun
Pd	0,76	H_2S-Wasser	braun
Ir	0,32	Bromwasser	gelb
Ru	0,30	Thioharnstoff	hellblau (längeres Erwärmen)
Rh	0,30	$SnCl_2$ in konz. Salzsäure	gelb (längeres Erwärmen)

* Die Erfahrung in unserem Labor hat gezeigt, daß es zweckmäßig ist, den neuen Trennungsgang möglichst eng an den bekannten H_2S-Ammoniumcarbonatgang anzuschließen. Man gewinnt dadurch außer didaktischen Vorteilen den Vorzug, jederzeit von einer Methode auf die andere umschalten zu können.

Platinmetalle. Die analytisch zur H_2S-Gruppe gehörigen Platinmetalle werden im Analysengang gesondert behandelt. Auch hier erzielen wir mit Butanol-3,0 n Salzsäure die besten Trennungen. Tab. 2 zeigt die dabei erhaltenen Ergebnisse.

Die zur Entwicklung verwendeten Reagentien sind: 5%ige Thioharnstofflösung in Wasser, 0,2%ige KJ-Lösung in Wasser, H_2S-Wasser, Bromwasser und eine 5—10%ige Lösung von $SnCl_2$ in konz. Salzsäure. Man besprüht die Gegend um die R_f-Werte, wo man die betreffenden Elemente erwartet. Ru wird neben Ir und Rh an der blauen Farbe seiner Reaktion mit Thioharnstoff leicht erkannt, dagegen lassen sich Ir und Rh nicht nebeneinander nachweisen.

Auftrennung der Schwefelammoniumgruppe

Die Zahl der zur $(NH_4)_2S$-Gruppe gehörigen Elemente ist beträchtlich größer, als die der H_2S-Gruppe. Wir haben uns daher hier auf die Bearbeitung der wichtigsten Kationen beschränkt. Fließmittel ist Eisessig-Pyridin-konz. Salzsäure (80 : 6 : 20). Das Gemisch ist lange haltbar.

An Reagentien zur Entwicklung der Flecken werden verwendet: konz. Ammoniak, Ammoniumsulfidlösung, 0,5%ige Dimethylglyoximlösung in Alkohol, Mischung aus gleichen Teilen 2 n Ammoniak und 3%igem Wasserstoffperoxyd, 0,01%ige Morinlösung in Alkohol und Egriwes Reagens, das aus gleichen Teilen der gesätt. Lösung von Diäthylanilin in 4%iger Oxalsäure sowie 4%iger $K_3[Fe(CN]_6)$-Lösung besteht.

Die Kationen können mit beliebigem Anion aufgetragen werden. Nach dem Lauf trocknet man das Chromatogramm zunächst gut, um den Überschuß an Säuren soweit als möglich zu entfernen, da Säuren einige der Nachweisreaktionen stören. Beim Trocknen wird bereits Co als

Tabelle 3. *Rf-Werte, Entwicklung und Grenzkonzentrationen für Kationen und Anionen der $(NH_4)_2S$-Gruppe. Fließmittel Eisessig-Pyridin-Salzsäure (80 : 6 : 20), aufsteigende Arbeitsweise, Papier Binzer 202*

Ion	R_f-Wert	Entwickler	Grenzkonzentrationen µg/Startfleck
Fe^{3+}	0,92	Egriwes Reagens	8
Zn^{2+}	0,82	Egriwes Reagens	0,5
Co^{2+}	0,68	$(NH_4)_2S$-Lösung	1,5
UO_2^{2+}	0,68	Quercetin	6
Mn^{2+}	0,57	alkalisches H_2O_2	5
WO_4^{2-}	0,43	Quercetin	8
Ni^{2+}	0,39	$(NH_4)_2S$-Lösung	2
VO_3^-	0,35	Quercetin	8
Al^{3+}	0,30	Morin	1
Cr^{3+}	0,26	konz. NH_3	10
Ti^{4+}	0,20	Quercetin	2

blauer Fleck sichtbar. Besprüht man die Gegend um R_f 0,9 mit Egrives Reagens, so erscheint Fe^{III} blau (R_f 0,92) und Zn rotbraun (R_f 0,82). Mangan wird mit alkalischem H_2O_2 bei R_f 0,57 braun (etwa vorhandener Überschuß an Säure kann stören). Ni und Co erscheinen beim Übersprühen mit $(NH_4)_2S$ (R_f 0,39 bzw. 0,68), Ni kann auch mit Dimethyl-

glyoxim entwickelt werden. Al^{III} liefert mit Morin die bekannte Fluorescenzreaktion bei R_f 0,30, konz. Ammoniak entwickelt Cr^{III} mit graugrüner Farbe bei R_f 0,26. Im allgemeinen ist dieser einfache Nachweis für Chrom ausreichend, wünscht man höhere Empfindlichkeit, so kann man in bekannter Weise mit NaOH—H_2O_2 zu Chromat oxydieren, und dieses mit Benzidin-Eisessig anfärben. Ti^{IV}, Zr^{IV}, UO_2^{2+}, WO_4^{--} und VO_3^- lassen sich mit Quercetin sichtbar machen. Günstigste Konzentrationen sind 10—30 μg Kation je Startfleck (Tab. 3, S. 431).

Der Nachweis der Elemente U, W, V und Ti neben den übrigen Kationen der Gruppe ist nach dem angegebenen Verfahren schwierig; wir sind aber mit der Ausweitung der Trennmethode auch auf die selteneren Elemente beschäftigt.

Ammoniumcarbonatgruppe

Das Fließmittel Methanol-Eisessig (98 : 2) ist nur zwei Tage lang haltbar und muß dann erneuert werden. Die Ionen sollen als Acetate aufgetragen werden, was keine Schwierigkeiten bereitet, da man die Gruppe als Carbonate ausfällen und in verd. Essigsäure lösen kann. Hat man geringe Mengen an Ba, Sr oder Ca nachzuweisen, so empfiehlt sich die Abtrennung als Sulfatgruppe[3], welche man durch Schmelzen mit Na_2CO_3—K_2CO_3 ebenfalls in die Carbonate überführt. Die günstigste Kationenmenge je Startfleck ist etwa 20—30 μg.

Zur Entwicklung verwendet man eine 0,01%ige Lösung von Bromkresolgrün in Alkohol. Die Erdalkaliacetate bilden mit überschüssiger Essigsäure Puffergemische, welche den Indicator nach Blau umschlagen lassen. Die Ra-Mengen dürften im allgemeinen für diese Art des Nachweises zu gering sein. Hier zerschneidet man das Chromatogramm von R_f 0 bis etwa 0,4 in geeignete Stücke, deren Radioaktivität mit einem

Tabelle 4. *Trennung der Ammoniumcarbonatgruppe mit Methanol-Eisessig als Fließmittel, aufsteigende Arbeitsweise, Papier Binzer 202*

Kation	R_f-Wert	Δ-R_f	Nachweisgrenze μg	Entwickler
(Be^{2+})	0,88		5	Morin
		0,14		
Mg^{2+}	0,74		10	Bromkresolgrün
		0,08		
Ca^{2+}	0,66		10	Bromkresolgrün
		0,14		
Sr^{2+}	0,52		10	Bromkresolgrün
		0,13		
Ba^{2+}	0,39		10	Bromkresolgrün
		0,13		
Ra^{2+}	0,26		—	Zähler

der üblichen Zählgeräte ausgewertet wird. Da Ra und Ba glatt voneinander getrennt werden, lassen sich durch Papierchromatographie auch sehr kleine Mengen Radium trägerfrei gewinnen. Durch Anwendung der Elektrochromatographie sollten auf diese Weise auch größere

Mengen des radioaktiven Elementes in kontinuierlicher Arbeitsweise rein dargestellt werden können.

Be zählt zur Schwefelammoniumgruppe, es ist in Tab. 4 (S. 432) aufgenommen worden, um den innerhalb der Erdalkalien besonders deutlich hervortretenden Zusammenhang zwischen R_f-Wert, d. h. hier Löslichkeit in der organischen Phase, und Stellung im Periodensystem zu zeigen.

Alkaligruppe

Es wird das gleiche Fließmittel wie bei Erdalkalien angewendet, auch hier müssen die Acetate der Ionen aufgetropft werden. Die günstigste Menge je Startfleck beträgt etwa 20—30 μg. Rb und Cs laufen mit dem gleichen R_f-Wert wie K.

Tabelle 5. *Trennung von Li, Na und K mit Methanol-Eisessig (98 : 2) als Fließmittel, aufsteigende Arbeitsweise, Papier Binzer 202*

Kation	R_f-Wert	Nachweisgrenze je μg Startfleck	Entwickler
Li^+	0,66	5	Bromkresolgrün
Na^+	0,48	5	Bromkresolgrün
K^+	0,32	5	Bromkresolgrün

Zur Ausführung der Gesamtanalyse fällt man die einzelnen Gruppen wie bisher mit H_2S usw. aus.

Die Schwefelwasserstoffgruppe wird in HCl—H_2O_2 gelöst, ausfallendes $PbCl_2$ stört nicht, da die Löslichkeit dieses Salzes in Salzsäure ausreicht, um genügend Pb^{II} in Lösung zu halten. Für den Fall, daß alle Ionen anwesend sind, genügen 100 mg des H_2S-Niederschlages auf 1 ml Säuregemisch (oder entsprechend weniger auf eine geringere Säuremenge); davon tropft man je Startfleck 0,0002—0,001 ml mit einer sog. Blutpipette auf. Überwiegen einige Ionen, so muß man unter Umständen die aufgetropfte Menge variieren, um für jedes Ion wenigstens in einer Bahn den günstigsten Bereich von 10—30 μg zu haben.

Auch von der Ammoniumsulfidgruppe löst man gegen 100 mg Niederschlag in 1 ml Salzsäure unter Zusatz von etwas konz. Salpetersäure und bringt von der Lösung etwa 0,0002—0,001 ml auf das Papier.

Der Niederschlag der Ammoniumcarbonatgruppe wird in wenig verd. Essigsäure aufgenommen, ein etwaiger Überschuß wird verjagt. Ammoniumsalze in nicht allzuhoher Konzentration stören weder bei der Ammoniumcarbonat- noch bei der Alkaligruppe.

Die Alkalien fallen im Trennungsgang entweder als Sulfate oder Chloride an, die man durch doppelte Umsetzung mit Bleiacetat bzw. Silberacetat in die Acetate umwandelt. Ein Überschuß an Schwermetall wird mit H_2S entfernt.

Literatur

[1] Cramer, F.: Papierchromatographie, Verlag Chemie, Weinheim. — [2] Lederer, E., u. M. Lederer: Chromatography, Elsevier Publishing Co. — [3] Mahr, C.: Anorganisches Grundpraktikum, S. 305. Verlag Chemie Weinheim 1954. — [4] Pfeil, E.: diese Z. **146**, 241 (1955). — [5] Pollard, F. H., u. J. F. W. McOmie: Chromatographic Methods of Inorganic Analysis, Butterworths scientific Publications, London.

Prof. Dr. E. Pfeil, Marburg, Bahnhofstraße 7

Aus dem Hauptlaboratorium der Neunkircher Eisenwerk A. G., Neunkirchen/Saar

Maßanalytische Bestimmung von Arsen als Chinolinarsenmolybdat

Von

S. Meyer und O. G. Koch

(Eingegangen am 13. Juli 1957)

Die von Wilson[8] entwickelte Methode zur Bestimmung von Phosphor als Chinolinphosphormolybdat gibt nach Mitteilung verschiedener Verfasser zufriedenstellende Ergebnisse, z. B. bei der Bestimmung von Phosphor in Eisenerz[3,4], Schlacken, Düngemitteln[9], Eisen und Stahl[6]. Eigene Versuche bestätigen die Brauchbarkeit des Verfahrens bei der Analyse von Eisenerz, Stahl und Eisen. Die Bestimmung als Chinolinphosphormolybdat weist gegenüber den üblichen Verfahren als Ammoniumphosphormolybdat[1] eine Reihe von Vorteilen auf. Wegen der größeren Empfindlichkeit der Abscheidung als Chinolinphosphormolybdat ist das Verfahren besonders zur Bestimmung kleiner Phosphormengen geeignet. Der Niederschlag des Chinolinphosphormolybdates bildet sich viel leichter und schneller als der des Ammoniumsalzes; infolge seiner grobkristallinen Beschaffenheit läßt sich der Chinolinniederschlag leicht und glatt filtrieren. Im Rahmen einer anderen Arbeit[7] hat sich die naheliegende Frage ergeben, ob nicht auch das Arsen ähnlich wie der Phosphor als Chinolinverbindung empfindlich und zuverlässig bestimmt werden kann.

Die Bestimmungsmethoden des Arsens als Ammoniumarsenmolybdat auf gravimetrischem bzw. titrimetrischem Wege sind, wie man aus der Literatur entnehmen kann, unbefriedigend, da infolge eng begrenzter Arbeitsbedingungen leicht Fehler auftreten können und es oft überhaupt schwer ist, einwandfreie Ergebnisse zu erzielen[5]. Deshalb wird die Reaktion des Arsens mit Molybdat (von den photometrischen und nephelometrischen Verfahren abgesehen) im allgemeinen nicht als Bestimmungsmethode, sondern lediglich als Fehlerquelle bei der Bestimmung von Phosphor betrachtet.

Ein Bestimmungsverfahren als Chinolinarsenmolybdat hat auch aus diesem Grunde großes Interesse. Da die ersten qualitativen Vorversuche durchaus ermutigende Ergebnisse zeigten, wurden die Reaktionsbedingungen näher untersucht.

Ebenso wie mit Ammoniummolybdat gibt das Arsen auch mit Chinolinmolybdat eine dem Phosphor analoge Fällung. Die maßanalytische Bestimmung des Arsens soll ähnlich wie die des Phosphors auf der Umsetzung des Chinolinarsenmolybdates mit Natronlauge beruhen. Die Reaktion entspricht der Gleichung:

$$(C_9H_7N)_3 \cdot H_3\,[AsO_4 \cdot 12\,MoO_3] + 26\,NaOH \rightarrow Na_2HAsO_4 + 12\,Na_2MoO_4 + 3\,C_9H_7N + 14\,H_2O$$

Für die Phosphorbestimmung mit Chinolinmolybdat wird angegeben, daß in zu schwach saurer Lösung Molybdänsäure ausfällt, während bei zu hoher Säurekonzentration die Fällung nicht quantitativ ist. Um einwandfreie Resultate zu erhalten, soll die Lösung 0,9—1,6 n salzsauer sein. Auch bei der Fällung des Arsens mit Chinolinmolybdat spielt die Säurekonzentration der Probelösung eine entscheidende Rolle. Wir haben außerdem gefunden, daß es vorteilhaft ist, der Lösung Weinsäure zuzusetzen, weil dadurch die Gefahr einer Ausfällung von Molybdänsäure während der Arsenbestimmung vermindert wird. Entgegen anderen Angaben[2] wirkt die Weinsäure bei den hier eingehaltenen Arbeitsbedingungen nicht als Maskierungsmittel und stört daher die Arsenbestimmung nicht. Bei Abwesenheit von Weinsäure werden die Filtrate nach Abfiltrieren des Niederschlages sofort infolge Ausfällung von Molybdänsäure trüb. Auch erhält man dann streuende Werte. Der Einfluß der Konzentrationen an Salzsäure, Weinsäure und Kaliumchlorat auf die Analysenergebnisse kann aus Tab. 1 (S. 436) entnommen werden. Man erkennt, daß die Reagensmengen in Versuch Nr. 4 die günstigsten Resultate liefern. Weiterhin geht aus der Tabelle hervor, daß die besten Ergebnisse bei einer niedrigeren Salzsäurekonzentration erzielt werden, als sie für die Phosphorbestimmung eingehalten werden muß. Die Arsenfällung ist auch bei 60° C quantitativ, doch empfiehlt es sich, bei Siedehitze zu arbeiten, weil dadurch der Niederschlag leichter filtrierbar wird. Das Arsen fällt unmittelbar nach dem Reagenszusatz quantitativ aus, so daß es unnötig ist, die Lösung mit dem Niederschlag vor dem Filtrieren längere Zeit stehen zu lassen. Doch hat auch ein längeres Stehenlassen der Probelösung nach der Fällung keinen ungünstigen Einfluß auf das Analysenergebnis.

Um Arsenverluste und damit Unterbefunde zu vermeiden, muß stets ein Überschuß von Kaliumchlorat anwesend sein, der das Arsen in der 5wertigen Stufe hält. Phosphor muß wegen seiner unter den gleichen Umständen eintretenden Fällung mit Chinolinmolybdat abwesend sein.

Tabelle 1. *Der Einfluß der Reagenskonzentration auf die Bestimmung des Arsens mit Chinolinmolybdat; Arbeitsbedingungen laut Arbeitsvorschrift (siehe unten)*

Nr.	Reagenszusätze			Arsen	
	$KClO_3$ g	konz. Salzsäure ml	10%ige Weinsäurelösung ml	vorgelegt mg	gefunden mg
1	0,5	10	20	0,500	0,070 0,060
2	0,5	5	20	0,500	0,530 0,520
3	1,0	10	20	0,500	0,130 0,120
4	1,0	5	20	0,500	0,500 0,500
5	0,5	7	—	0,500	0,570 0,560
6	0,5	3,5	—	0,500	0,700 0,640
7	1,0	7	—	0,500	0,600 0,550
8	1,0	3,5	—	0,500	0,670 0,630

Eine Störung durch andere Elemente tritt nicht auf, sofern sie in nicht allzu großen Mengen anwesend sind. Tab. 2 zeigt einige Ergebnisse der Arsenbestimmung mit Chinolinmolybdat.

Tabelle 2. *Die maßanalytische Bestimmung von Arsen als Chinolinarsenmolybdat*

As vorgelegt mg	Verbrauch an Maßlösungen			As gefunden mg	Abweichung mg
	0,1 n NaOH-Lösung ml	0,1n Salzsäure ml	Differenz ml		
0,020	10,00	9,91	0,09	0,026	+ 0,006
0,060	10,00	9,77	0,23	0,066	+ 0,006
0,100	10,00	9,60	0,40	0,115	+ 0,015
0,500	20,00	18,25	1,75	0,504	+ 0,004
1,000	20,00	16,48	3,52	1,014	+ 0,014
5,000	30,00	12,62	17,38	5,008	+ 0,008
10,000	50,00	15,22	34,78	10,021	+ 0,021

Arbeitsvorschrift

Reagentien: Chinolinmolydatlösung (CHIMO-Lösung)[4]. Man löst 250 g $Na_2MoO_4 \cdot 2\,H_2O$ in 500 ml dest. Wasser, gießt die Lösung in 460 ml konz. Salzsäure (D 1,19) und versetzt mit 1 Tropfen 30%igem Wasserstoffperoxyd. 28 ml redest. Chinolin löst man in 600 ml Salzsäure (1 : 1). Beide Lösungen werden vereinigt, kurz aufgekocht und nach 24 Std in eine Kunststoffflasche filtriert.

10%ige wäßrige Weinsäurelösung; konz. Salzsäure (D 1,19); verd. Salzsäure (1 : 10); Kaliumchlorat (in Pillen zu 1,0 g); 0,1 n Natronlauge, 0,1 n Salzsäure, 0,4%ige Phenolphthaleinlösung in 95%igem Alkohol.

Die neutrale bis schwach saure Probelösung wird in einen 300 ml-Erlenmeyer-Kolben gegeben. Man bringt mit Wasser auf ein Volumen von 50 ml, fügt 1,0 g Kaliumchlorat und 5 ml Salzsäure (D 1,19) hinzu und erhitzt die Lösung nach kurzem Durchmischen auf der Heizplatte bis zum Sieden. Danach versetzt man mit 20 ml Weinsäurelösung, mischt durch kurzes Umschwenken und gibt 20 ml CHIMO-Lösung hinzu. Der Kolben wird jetzt von der Heizplatte genommen, kurz und kräftig etwa 10mal geschüttelt; der entstandene gelbe Niederschlag wird sofort durch ein Schl. & Sch.-Weißbandfilter (oder z. B. durch ein Filter Ederol Nr. 2, mittelweitporig) abfiltriert. Falls das Filter zu weitporig sein sollte, so wird etwas Filterschleim zugesetzt. Der Niederschlag wird 3mal mit verdünnter Salzsäure (1 : 10) gewaschen und dann durch 10maliges Waschen mit dest. Wasser von der Säure befreit. Das Filter mit dem Niederschlag kommt jetzt in den gut gereinigten Kolben zurück, man gibt etwa 50 ml dest. Wasser hinzu, zerfasert das Filter mit einem Glasstab und sorgt durch Schütteln für eine gute Verteilung des Niederschlages. Dann wird in den Kolben eine gemessene überschüssige Menge 0,1 n Natronlauge gebracht (es sollen jeweils einige ml 0,1 n Natronlauge im Überschuß vorhanden sein). Man schüttelt bzw. rührt, bis sich der gelbe Niederschlag des Chinolinarsenmolybdates vollständig gelöst hat, verdünnt mit dest. Wasser auf ein Gesamtvolumen von etwa 100 ml, fügt 4 Tropfen Phenolphthalein hinzu und titriert den NaOH-Überschuß mit 0,1 n Salzsäure bis zum Umschlag von Rot auf Farblos zurück.

1 ml 0,1 n Natronlauge entspricht 0,28812 mg As. Zur Kontrolle muß stets ein Blindwert ermittelt und vom Analysenwert in Abzug gebracht werden. Um den Blindwert (besonders bei der Bestimmung geringer Arsenmengen) möglichst klein zu halten, ist besonderer Wert auf die Verwendung von p. a.-Reagentien und reinstem Filtermaterial zu legen.

Das Bestimmungsverfahren eignet sich sowohl für größere als auch für kleine Arsenmengen bis herab zu 0,01 mg As. Die Reproduzierbarkeit liegt im Mittel bei $\pm$ 0,010 mg As. Hervorzuheben ist vor allen Dingen die Schnelligkeit der Arsenbestimmung bei zufriedenstellender Genauigkeit. Eine Arsenbestimmung kann in 20 min durchgeführt werden. Für die gleichzeitige Durchführung von 8 Bestimmungen werden etwa 30 min benötigt. Bei Verwendung der bei der Phosphorschnellbestimmung gebräuchlichen Filterröhrchen und von Filterschleim läßt sich die Arsenbestimmung noch weiter abkürzen.

Über die gleichzeitige Bestimmung von Phosphor und Arsen in Eisen und Stahl soll demnächst berichtet werden[7].

Zusammenfassung

Es wird ein Schnellverfahren zur maßanalytischen Bestimmung des Arsens beschrieben. Das Arsen wird als Chinolinarsenmolybdat gefällt, der Niederschlag in 0,1 n Natronlauge gelöst und der NaOH-Überschuß mit 0,1 n Salzsäure zurücktitriert. Das Verfahren eignet sich für Arsenmengen bis herab zu 0,01 mg As. Die Reproduzierbarkeit beträgt im Mittel $\pm$ 0,010 mg As bei einem Zeitbedarf von 20 min für eine Einzelbestimmung.

An dieser Stelle möchten wir Herrn R. Seiler für die gewissenhafte Durchführung der Versuche unseren Dank aussprechen.

Literatur

[1] Chemikerausschuß des VDEh, Handbuch f. d. Eisenhüttenlaboratorium, Bd. I, Verlag Stahleisen m. b. H., Düsseldorf 1955. — [2] Feigl, F.: Spot Tests, Elsevier Publ. Co., Amsterdam 1954. — [3] Fernlund, U., S. Zechner u. T. Anderson: diese Z. **138**, 41 (1953). — [4] Fernlund, U., u. S. Zechner: diese Z. **146**, 111 (1955). — [5] Fresenius, W., u. G. Jander: Handbuch d. analytischen Chemie, Bd. Va γ, Springer: Berlin-Göttingen-Heidelberg 1951. — [6] Fuchs, W., u. O. Veiser: Arch. Eisenhüttenwes. **27**, 429 (1956); vgl. diese Z. **156**, 54 (1957). — [7] Meyer, S. u. O. G. Koch (in Vorbereitung). — [8] Wilson, H. N.: Analyst **76**, 65 (1951). — [9] Wilson, H. N.: Analyst **79**, 535 (1954); vgl. diese Z. **147**, 371 (1955).

Dipl.-Ing. S. Meyer, Neunkircher Eisenwerk, Hauptlaboratorium Neunkirchen (Saar)

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

III. Analyse organischer Stoffe

1. Elementaranalyse

Zur Mikro- und Halbmikrobestimmung von Stickstoff haben N. E. Gelman und M. O. Koršun[1] ein Verfahren entwickelt, das auf der schnellen Pyrolyse der Substanz in Wasserstoffatmosphäre und der Überführung des Stickstoffs in Ammoniak an einem Eisenkatalysator beruht. Das Ammoniak wird jodometrisch bestimmt. Eine Bestimmung dauert 30 min. Nach dem Verfahren können Aminverbindungen und heterocyclische Verbindungen analysiert werden, die C, H, O, N und S enthalten. Zum Schutz des Katalysators werden S-haltige Verbindungen mit Nickel (5-fache Menge, im H_2-Strom reduziert, unter CO_2 aufbewahrt) vermischt, welches S bis auf Spuren zurückhält. Die Apparatur ist dieselbe wie bei der Bestimmung des Schwefels durch Hydrieren (Koršun-Gelman 1946, 1947, 1949): Kipp-Apparat, Elektroofen, Gasbrenner, Aspirator, Cu-Cylinder (1 Liter), 2 Mikrobüretten u. a. übliche Laborgeräte. Der Fe-Katalysator wird aus Fe-Nitrat durch Verglühen, Zerkleinern, Absieben und Reduzieren im H_2-Strom bereitet. — *Analyse.* Die Katalysatorschicht wird im Zersetzungsrohr auf 400—420° C (Prüfung mit Thermoelement) erhitzt, die Einwaage (2,5—20 mg) wird im Quarzreagensglas 2—3 cm vom Elektroofen eingeführt. Man leitet einen langsamen Wasserstoffstrom (30 bis 40 ml/min) durch die Apparatur und führt die Zersetzung mit dem Gasbrenner in 7—10 min durch (währenddessen sind 200—400 ml H_2 durchgeleitet worden). Die Austreibung in das Auffanggefäß mit 5—7 ml 0,02 n $KH(JO_3)_2$-Lösung soll nicht über 10 min dauern, dann wird das Gefäß ausgespült und nach Zusatz von 1 ml 10%iger KJ-Lösung (5 min in Eiswasser halten) titriert man den Jodatüberschuß mit Thiosulfatlösung zurück. Bei der raschen Zersetzung erfolgt nur sehr wenig Kohleausscheidung. Die Bestimmungsfehler betragen (in 60 Beleganalysen) —0,23 bis +0,20% N_2. A. v. Wilpert

Zur arsenometrischen Bestimmung von Ammoniak oxydieren L. Szekeres und Á. Kellner[2] Ammoniak mittels Kaliumbromat und messen den Bromüber-

[1] Ž. anal. Chim. **12**, 128—133 (1957) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Akad. Wiss. UdSSR, Inst. für elementorgan. Verbb., Moskau.

[2] Agrokém. és talajtan **5**, 241—244 (1956) [Ungarisch]. (Mit franz. Zus.fass.) Agrarwiss. Univ., Budapest.

schuß mit einer Arsenigsäuremaßlösung. Die Durchführung der Methode ist bereits beschrieben worden[1]. Das Verfahren bewährt sich bei der *Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl.* J. Plank

Bestimmung von Schwefel. R. Ottosson und O. Snellman[2] geben für die Bestimmung von Schwefel nach S. Paulson[3] und W. Schöniger[4] durch Verbrennung der Probe im Sauerstoff mit anschließender konduktometrischer Titration eine verbesserte *Arbeitsvorschrift.* In einen 500 ml-Kolben mit Stopfen, in dem ein 10 cm langer und 1 mm dicker Platindraht eingeschmolzen ist, gibt man 10 ml Wasser und 2 ml Perhydrol. Dann füllt man den Kolben mit Sauerstoff, wickelt die Probe in ein Stück Filtrierpapier und befestigt dieses in einer Schlinge des Platindrahtes. Das Papier entzündet man an einer Seite und bringt es schnell in den Kolben, wo es zusammen mit der Substanz verbrennt. Nach 30 min spült man die Gefäßwände ab, pipettiert 10 ml der Lösung in das Leitfähigkeitsgefäß und gibt 1 Tr. 20%ige Essigsäure und 1 ml einer Suspension von $BaSO_4$ hinzu und rührt kräftig. Nach 20 min titriert man konduktometrisch mit 0,5 m $BaCl_2$-Lösung, welche man in 0,002 ml-Portionen zugibt. — Die Methode eignet sich u. a. zur Schwefelbestimmung in *Cystein* oder in *Methionin.* G. Denk

In einem Beitrag zur Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Substanzen berichtet H. Wagner[5] über die direkte Titration von Schwefelsäure, die bei der Verbrennung organischer Substanzen entsteht. Die Titration erfolgt mit Bariumperchloratlösung unter Verwendung von Thorin [2-(2-Hydroxy-3,6-disulfo-1-naphthylazo)-phenylarsonsäure] als Metallindicator. Eine Störung durch verschiedene Anionen, die von J. S. Fritz und S. S. Yamamura[6] bei Anwendung des Indicators zur Sulfatbestimmung in Wasser beobachtet worden ist, ist im Anschluß an die Verbrennung organischer Substanzen nicht feststellbar. Die Farbänderung beim Äquivalenzpunkt ist selbst bei geringen Sulfatmengen gut sichtbar. — *Arbeitsweise.* a) Eine Mikroeinwaage von organischer Schwefelsubstanz wird in einem 300 mm langen Quarzrohr, das mit Quarzwolle gefüllt ist und auf 900° C erhitzt wird, im Sauerstoffstrom (10—15 ml/min) verbrannt (vgl. H. Wagner und F. Bühler[7]). Die Verbrennungsprodukte werden in einem Perlenrohr, das mittels Schliff an das Verbrennungsrohr angeschlossen und innen mit 5%iger Wasserstoffperoxydlösung benetzt ist, aufgefangen. Nach erfolgter Verbrennung (15 min) spült man das Perlenrohr mit 20 ml 80%igem Isopropanol aus, fügt zum Eluat 1 Tr. 0,2%ige wäßrige Thorinlösung und 1 Tr. 0,0125%ige wäßrige Methylenblaulösung und titriert mit 0,02 n Bariumperchloratlösung bis zum Farbumschlag von Grün auf Rosa. Zur Herstellung der Titrationslösung löst man 3,3627 g Bariumperchlorat in 200 ml Wasser, füllt mit Isopropanol bis knapp auf 1000 ml auf, fügt Perchlorsäure bis p_H 2,5—4 zu und ergänzt schließlich auf genau 1000 ml. — b) Zur Verbrennung der organischen Substanz kann auch die Methode von W. Schöniger[8] herangezogen werden, bei der die Substanz in einem Erlenmeyer-Kolben mit Filterpapier als Hilfssubstanz verbrannt wird. Hierzu gibt man in den Aufschlußkolben 4 ml Wasser und einige Tropfen Perhydrol, verbrennt die Probe und schüttelt zur Absorption etwa 10 min. Dann spült man die Kolbenwand, den Schliffstopfen und

[1] Kellner, Á., Ch. Szabó und L. Szekeres: diese Z. **157**, 13 (1957).
[2] Acta chem. scand. (Kopenhagen) **11**, 185—187 (1957). Univ. Uppsala (Schweden).
[3] Acta chem. scand. (Kopenhagen) **7**, 325 (1953).
[4] Mikrochim. Acta (Wien) **1955**, 123; vgl. diese Z. **150**, 306 (1956).
[5] Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 19—23. I. R. Geigy A.-G., Basel (Schweiz).
[6] Analyt. Chemistry **27**, 1461 (1955); vgl. diese Z. **154**, 283 (1957).
[7] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta **36/37**, 641 (1951); vgl. diese Z. **135**, 451 (1952).
[8] Mikrochim. Acta (Wien) **1956**, 869; vgl. diese Z. **154**, 158 (1957).

den Platindraht mit 16 ml Isopropanol ab und titriert wie oben. — Wie der Verf. mitteilt, bewährt sich das Milieu von 80%iger Isopropanollösung auch bei der *Halogentitration* mit 0,01 n $AgNO_3$-Lösung und Dichlorfluorescein als Adsorptionsindicator. Der Farbumschlag ist äußerst scharf und besser als in dem früher[1] empfohlenen Wasser-Acetongemisch. G. KAINZ

Zur Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Substanzen, die Ba, Pb, Ag oder Mg enthalten, verbrennen M. VEČEŘA und L. SYNEK[2] die Probe unter Zusatz von Vanadiumoxyd im Sauerstoffstrom und erhöhen die Temperatur anschließend auf 1200—1300° C. Bei dieser Temperatur verflüchtigt sich der gesamte Schwefel innerhalb weniger Minuten aus den zunächst entstandenen Metallsulfaten. Die gewählte Temperatur liegt über den Zersetzungstemperaturen von Ag_2SO_4 (1085° C), $MgSO_4$ (1124° C) oder $PbSO_4$ (1000° C), aber unter der Zersetzungstemperatur von $BaSO_4$ (über 1500° C). Die letzte Zersetzungstemperatur wird durch den V_2O_5-Zusatz erniedrigt. Bei den ersten Sulfaten könnte man auch ohne V_2O_5 auskommen. Der Zusatz von V_2O_5 ist aber auch in diesen Fällen von Vorteil, da V_2O_5 einen plötzlichen Zerfall der Sulfate sowie eine Verflüchtigung unzersetzter Sulfate verhindert und die Rückstände aus dem Verbrennungsschiffchen leicht entfernt werden können. — Das Glührohr ist ein 70 mm langes Quarzrohr von 17 mm ○, das eine Wicklung von 3,5 m Platindraht von 0,2 mm ⌀ trägt. Die Einwaage der Probe wird mit 30 mg Vanadiumoxyd gemischt, zuerst 10 min bei 700—800° C verbrannt, dann 15 min auf 1200—1300° C erhitzt. Die weitere Arbeitsweise ist die gleiche wie bei den bereits beschriebenen Verfahren der Schwefelbestimmung[3]. — Das Verfahren eignet sich außer in der organischen Analyse, auch zur *Schwefelbestimmung in* $PbSO_4$, $BaSO_4$, Ag_2SO_4, $MgSO_4$ und wahrscheinlich zur *Schwefelbestimmung im Kiesabbrand, in Asche, Superphosphat* u. dgl. A. KURTENACKER

Gleichzeitige Bestimmung von Kohlenstoff, Wasserstoff und Fluor. L. MÁZOR[4] verwendet Mennige als Oxydationsmittel und zugleich als Bindemittel für den Fluorwasserstoff. Man bringt die Mennige als dickflüssigen wäßrigen Brei auf die

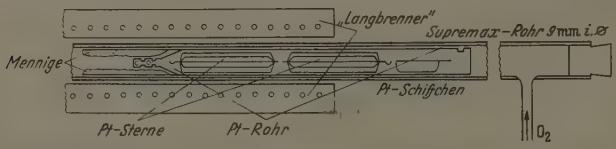


Abb. 1. Anordnung zur gleichzeitigen Bestimmung von Kohlenstoff, Wasserstoff und Fluor nach MÁZOR

Innenwand eines Röhrchens aus gesintertem Aluminiumoxyd (Alundum) und trocknet das Rohr 2 Std bei 200° C. Die trockne Mennigeschicht ist ~ 0,3—0,5 mm dick. Das abgekühlte Rohr wird dann in das leere gläserne Verbrennungsrohr gesetzt. Die Pyrolyseprodukte gelangen vom Verbrennungsschiffchen durch ein kurzes Platinröhrchen in dieses Rohr (Abb. 1). Während die auf 550—570° C aufgeheizte Mennigeschicht den Kohlenstoff und den Wasserstoff vollständig oxydiert, wird das Fluor als Bleidifluorid gebunden. Kohlenstoff und Wasserstoff werden wie gewöhnlich durch Ascarit und Magnesiumperchlorat adsorbiert und gravimetrisch bestimmt.

[1] Vgl. Fußnote 7, S. 439.

[2] Chem. Listy **51**, 171—173 (1957) [Tschechisch]. Forsch.-Inst. f. organ. Synthesen, Pardubice-Rybitví (ČSR).

[3] VEČEŘA, M.: Chem. Listy **48**, 613 (1954); **50**, 308 (1956); Mikrochim. Acta (Wien) **1955**, 88; vgl. diese Z. **145**, 357 (1955); **149**, 300 (1956); **155**, 288 (1957).

[4] Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 113—124. Techn. Univ. Budapest (Ungarn).

Zur Bestimmung des Fluors wird die Mennigeschicht mit einem Gemisch aus 0,5 ml Salpetersäure (1 : 1) und 2—3 Tropfen 30%igem Wasserstoffperoxyd aus dem Aluminiumoxydrohr abgelöst. Das Bleifluorid löst sich in dem stark sauren Medium ebenfalls. Die Lösung wird auf ~ 5 ml verdünnt und durch Zusatz von Bleioxyd auf p_H 4,6—4,7 gebracht. Dann wird Natriumchloridlösung in einer solchen Menge zugefügt, die sicher genügt, um Bleichlorfluorid vollständig zu fällen, aber die Lösung nicht an Bleichlorid sättigt. Das Bleichlorfluorid wird wie üblich weiterbehandelt und schließlich gewogen. — Bei der Anwendung dieser Methode auf 12 organische Fluorverbindungen liegen die C- und H-Werte innerhalb der üblichen Fehlergrenze. Nur der gefundene C-Wert vom Tetrafluoräthylen weicht stärker vom theoretischen Wert ab. Die Fluorwerte liegen allgemein etwas zu niedrig, was auf die geringe Löslichkeit des Bleichloridfluorids zurückzuführen ist. Der durchschnittliche Fehler beträgt —0,28%. Eva Neuhaus

M. O. Koršun, N. E. Gelman und K. I. Glazova[1] empfehlen das folgende Verfahren zur *gleichzeitigen Mikrobestimmung von Fluor, Kohlenstoff und Wasserstoff:* 4—10 mg des organischen Stoffes (der P, B, Si, Halogene, S, N enthalten kann) werden im O_2-Strom in einer Schicht von MgO bei 1000° C verbrannt. Die 15—18 cm lange MgO-Schicht befindet sich in einer Quarzhülse mit gitterförmigem Boden, die in ein leeres Verbrennungsrohr eingebracht wird. C und H werden wie üblich aus der Gewichtszunahme der Absorptionsapparate bestimmt. Die Hülse mit dem Magnesiumoxyd und dem darin enthaltenen MgF_2 wird anschließend pyrohydrolytisch mit überhitztem Wasserdampf bei 1000° C und einer Kondensationsgeschwindigkeit von 0,5 ml/min zersetzt und das HF im Auffanggefäß mit Alkali titriert, falls der organische Stoff nur C, H, O, N, F und P, B oder Si enthält, die mit Wasserdampf keine zersetzbaren Verbindungen bilden. Man kann das F auch mit Thoriumnitratlösung titrieren, welche Titrationsart allein anwendbar ist, wenn der Prüfstoff noch andere Halogene und S enthält. MgO hält den Schwefel vollständig, die anderen Halogene nur teilweise zurück; zur Absorption der Halogene wird wie üblich metallisches Ag verwendet. Die Titer der Alkali- und Th-Nitratlösung werden mit reinen F-Verbindungen gestellt. Das MgO kann nach kurzem Trocknen wiederverwendet werden. Die Temperatur und die Kondensationsgeschwindigkeit bei der Pyrohydrolyse sind einzuhalten. A. v. Wilpert

2. Qualitative und quantitative Analyse

Über einen papierchromatographischen Nachweis von Galakturon- und Glucuronsäuren berichten M. Gee und R. M. McCready[2]. Das Verfahren macht von der Tatsache Gebrauch, daß Glucuronsäure beim Erhitzen auf 80° C bei p_H 2 teilweise lactonisiert wird und somit 2 Flecken gibt, während Galakturonsäure bei gleicher Behandlung unverändert bleibt. Die Säuren werden mit basischem Bleiacetat und die Lactone mit Hydroxamsäure und Eisen(III)-chlorid[3] sichtbar gemacht. — *Ausführung.* Die Probe wird auf p_H 2 gebracht und 30 min auf 80° C erhitzt. Auf Whatman-Papier Nr. 1 trägt man 3 Serien bestehend aus Probe, Galakturonsäure, Glucuronsäure und dessen Lacton (Testlösungen 1%ig) in Mengen zu 5 µl auf und trocknet bei Raumtemperatur. Im aufsteigenden Verfahren wird mit Äthylacetat/Pyridin/Wasser/Essigsäure (5:5:3:1) entwickelt bis die Front etwa 30 cm erreicht hat. Dann wird ohne Erhitzen bei Raumtemperatur getrocknet, bis die Essigsäure verschwunden ist. Man zerschneidet das Blatt in 3 Streifen, von denen jeder die Probe und die 3 Testsubstanzen umfaßt. Der erste Streifen wird

[1] Dokl. Akad. Nauk SSSR **111**, 1255—1256 (1956) [Russisch].

[2] Analyt. Chemistry **29**, 257—258 (1957). Dptm. Agric., Albany, Calif. (USA).

[3] Abdel-Akher, N., und F. Smith: J. Amer. chem. Soc. **73**, 5859 (1951).

in eine Lösung aus je 2 g Anilin und Trichloressigsäure in 100 ml Äthylacetat getaucht, 15 min an der Luft getrocknet und 5 min auf 95° C erhitzt. Die reduzierenden Uronsäuren erscheinen bei Mengen von 10 μg und mehr als beige Flecken auf weißem Grund. Der zweite Streifen wird schnell durch eine filtrierte, gesättigte Lösung von basischem Bleiacetat gezogen, zwischen Filtrierpapier oberflächlich getrocknet und 1 min mit Frischdampf erhitzt (Farben s. Tabelle). Den dritten Streifen besprüht man mit einer frisch herzustellenden Mischung aus gleichen Teilen einer Lösung von 7 g Hydroxylaminhydrochlorid in 100 ml Methanol und 7,2 g Kaliumhydroxyd in 100 ml Methanol, nachdem vorher vom Kaliumchlorid abfiltriert wurde. Nach 15 min besprüht man mit einer Lösung von 1 g Eisen(III)-chlorid in 100 ml 1%iger Salzsäure (Reaktionsausfall s. Tabelle).

Tabelle

	R_{GA}*	Farbreaktion basisches Bleiacetat	Hydroxamsäure
Galakturonsäure	100	dunkelziegelrot	keine
Digalakturonsäure . . .	28	mittel-gelborange	keine
Trigalakturonsäure . . .	8	mittel-gelb	keine
Glucuronsräure	116	hell-beige	keine
Mannuronsäure	145	schwach-beige	keine
Glucuronsäurelacton . .	339	hell-beige	malvenfarbig
Mannuronsäurelacton . .	298	keine	malvenfarbig

* Wanderungsweg verglichen mit Galakturonsäure = 100.

E. Müller, Würzburg

Die Abtrennung neutraler Polysaccharide läßt sich nach S. A. Barker, M. Stacey und G. Zweifel[1] durch fraktionierte Fällung ihrer Lösungen mit *Cetavlon* (Cetyltrimethylammoniumbromid, CV) erreichen. Verff. führen folgende Beispiele an: A. Man löst je 250 mg Hefe-Mannan und Glykogen in 30 ml Wasser und fügt je das gleiche Volumen 10%ige CV-Lösung und 1%igen Boratpuffer von p_H 8,5 zu. Den ausfallenden Niederschlag wäscht man mit Wasser, löst ihn in 5 ml 2 n Essigsäure und fällt durch Einrühren in Äthanol. Nach der Reinigung der hierbei auftretenden Fällung durch Waschen mit Wasser, essigsäurehaltiges Äthanol und Äther erweist sich diese als reines Mannan (205 mg). Das Filtrat des ersten Präcipitates versetzt man erneut mit 60 ml Boratpuffer. Es werden nach Anwendung des gleichen Reinigungsverfahrens 198 mg Glykogen erhalten. B. Einer Lösung von 190 mg Glykogen und 200 mg Inulin in 30 ml Wasser setzt man die gleichen Volumina 5%ige CV-Lösung und 1%igen Boratpuffer von p_H 10 zu. Die Fällung besteht aus Glykogen, von dem nach der Reinigung 110 mg erhalten werden. Nach Einstellen des Filtrates auf p_H 12 werden weitere 20 mg Glykogen gewonnen. Nun dialysiert man die abfiltrierte Lösung 3 Tage lang und läßt sie anschließend zur Entfernung des CV eine Säule von IR 120-Austauscherharz passieren. Nach dem Konzentrieren des Eluates im Vakuum erhält man durch Fällung mit Äthanol 115 mg reines Inulin. K. Söllner

Gaschromatographische Trennung der Aromaten von gesättigten und olefinischen Kohlenwasserstoffen. J. R. Anderson und K. H. Napier[2] beschreiben die gaschromatographische Trennung von aromatischen und nichtaromatischen

[1] Chem. and Ind. **1957**, 330. Univ. Birmingham (England).

[2] Austral. J. Chem. **9**, 541—543 (1956). Univ. Technol. Sydney (Australien).

Kohlenwasserstoffen ähnlicher Siedepunkte, wie z. B. *Benzol, Cyclohexan und Cyclohexen.* Als stationäre Phase werden Triäthylenglykol (T.G.) und Polyäthylenglykolkresyläther (P.G.K.Ä.) verwendet, die auf Aluminiumoxyd (zu 40 Gew.-%, 16—32 mesh) aufgetragen sind. Als Trägergas dient Stickstoff. Der Trenneffekt zwischen Cyclohexan, Cyclohexen und Benzol (Reihenfolge entspricht zunehmender Retentionszeit) ist mit P.G.K.Ä. bei 100° C (Strömung 6 ml/min) besser als mit T.G. bei 100° C (5 ml/min). Bei 132° C gelingt es mit P.G.K.Ä. nicht, Cyclohexan und Methylcyclohexan zu trennen, wohl aber tritt *Toluol* erst nach *Benzol* aus der Säule aus. D. Jentzsch

Bestimmung organischer Substanzen nach der Chrom(II)-chloridmethode. *Diazoniumverbindungen* werden nach R. S. Bottei und N. H. Furman[1] von *Chrom(II)-chloridlösungen in neutraler oder* 0,05*n salzsaurer Lösung zu Hydrazinverbindungen reduziert.* Die Verff. haben eine Methode ausgearbeitet, welche diese Reaktion für eine *Bestimmung der Diazoniumverbindungen* ausnutzt. Man versetzt mit einem Überschuß eingestellter, unter definierten Bedingungen aus Kaliumdichromatlösung hergestellter Chrom(II)-chloridlösung[2] und titriert den Chrom(II)-überschuß potentiometrisch mit Eisen(III)-ammoniumsulfatlösung zurück. Die Verff. konnten mit dieser Methode bestimmen: *p-Diäthylaminobenzoldiazoniumchlorid, p-Äthylhydroxyäthylbenzoldiazoniumchlorid* und *p-Äthylbenzoldiazoniumchlorid.* Die Genauigkeit der Bestimmungen beträgt ± 1%, der Zeitbedarf einer Analyse ist geringer als der anderer Methoden. — *Ausführung.* Man löst die Probe in dest. Wasser oder 0,05n Salzsäure unter Kühlung im Eisbad, entfernt durch 10 min langes Überleiten von Kohlensäure alle überstehende Luft und versetzt mit 35 bis 40 ml 0,1000n Chrom(II)-chloridlösung. Nach 1 min titriert man mit Eisen(III)-lösung[2] zurück. K. Brodersen

N. H. Furman und R. S. Bottei[3] berichten weiter, daß *Nitrosoverbindungen in neutraler Lösung zum Amin reduziert* werden, wenn man mit *Chrom(II)-chlorid*lösung behandelt. *Kupferron* (Ammoniumsalz des N-Nitrosophenylhydroxylamins) wird zu Ammoniak und Phenylhydroxylamin umgesetzt. Die Verff. haben Methoden für die einzelnen Verbindungen ausgearbeitet, die sich zur *Bestimmung dieser Nitrosoverbindungen* eignen. Es lassen sich bestimmen: *p-Nitrodimethylanilin* (Probe in 40 ml Eisessig lösen, 10 ml konz. Salzsäure zufügen, durch Kohlensäureeinleiten Luft verdrängen, nach 10 min mit Überschuß eingestellter 0,1n Chrom(II)-chloridlösung (siehe oben) versetzen und nach 1 min mit Eisen(III)-sulfatlösung zurücktitrieren), *Kupferron* (Probe in 30 ml dest Wasser und 10 ml konz. Salzsäure lösen, diese Mischung aber vorher mit Kohlensäure luftfrei machen und mit 15 ml Chrom(II)-chloridlösung versetzen und nach 1 min zurücktitrieren), *N-Nitrosodiphenylamin* und *N-Nitroso-N-phenylbenzylamin* [Probe in 95%igem Äthylalkohol lösen, durch CO_2-Einleiten Lösung luftfrei machen, nach 5 min mit 15 ml Chrom(II)-chloridlösung versetzen, dann 10 ml konz. Salzsäure zufügen und nach Zugabe eines Chrom(II)-überschusses mit Eisen(III)-lösung zurücktitrieren]. — Da die Nitrosogruppen zum Amin reduziert werden, benötigt man 4 Äquivalente des Chrom(II)-chlorids für 1 Mol der Nitrosoverbindungen; bei Kupferron werden 6 Äquivalente verbraucht. K. Brodersen

Colorimetrische Verfahren zur Bestimmung einiger aromatischer Amine und ihrer Derivate auf Grund der Farbreaktionen mit Chloramin beschreiben

[1] Analyt. Chemistry **29**, 119—120 (1957). Univ. Princeton, N. J. (USA).

[2] Bottei, R. S., und N. H. Furman: Analyt. Chemistry **27**, 1182 (1955); vgl. diese Z. **150**, 308 (1956).

[3] Analyt. Chemistry **29**, 121—122 (1957).

B. N. Afanasiev und A. I. Kruževnikova[1]. Man löst 0,05 bis 0,2 g Amin *(Anilin, o-, m-, p-Toluidin, p-Phenylendiamin, p-Amidophenol)*, oder dessen Salz, in dest. Wasser, setzt 50 ml 10%ige wäßrige Chloraminlösung (Chloramin T = Na-Salz der p-Toluolsulfochloramids oder das entsprechende Benzolderivat Chloramin B) hinzu und füllt zur Marke (1 Liter) auf. Die erhaltene orangegelbe Farbe wird nach 2 Std in einem Colorimeter (Duboscq) mit der gleichartig hergestellten Farbe des reinen Amins verglichen. — *Bestimmung von Phenacetin.* Man löst 0,1—0,3 g Probe in 100 ml 90%igem Alkohol, setzt 25 ml 5%ige Chloraminlösung hinzu, erhitzt zum Sieden (intensive Gelbfärbung), füllt auf 250 ml auf und colorimetriert gegen eine gleichartig behandelte Lösung von 0,2 g reinem Phenacetin. Beimischungen von Aspirin, Coffein, Methylcoffein und Natriumsalicylat stören die Bestimmung nicht. Phenetidin (vorkommende giftigere Beimengung) und Pyramidon geben jedoch mit Chloramin ähnliche Färbungen. — *Bestimmung von Pyramidon.* Man verfährt wie bei Phenacetin, setzt jedoch nach dem Erhitzen 2—3 Tropfen konz. Salzsäure hinzu, wobei die Färbung von etwa vorhandenem Phenacetin verschwindet. Die Bestimmung dauert nicht mehr als $^1/_2$ Stunde. Bei der Bestimmung stören Beimengungen von Phenacetin, Coffein, Veronal, Aspirin und Codein nicht. A. v. Wilpert

Über die Identifizierung von Benzidin und seinen Isomeren hat M. Večeřa[2] im Zusammenhang mit früheren Arbeiten[3] eingehende Untersuchungen angestellt. Sie beziehen sich auf *Benzidin(I)*, *Diphenylin(II)*, *o-Benzidin(III)*, *o-Semidin(IV)* und *p-Semidin(V)*. Von den daraus hergestellten Derivaten (Acetyl-, Benzoyl-, Salicylal-, Benzalderivaten, Azo-β-naphtholen, Hydrochloriden) eignen sich die Benzoylderivate für die Identifizierung am besten. Sie sind leicht rein darzustellen und kristallisieren gut. Ihre Identität kann mit Hilfe der Bestimmung der Schmelzpunkte, der Brechungszahlen der Schmelzen und der eutektischen Temperaturen zuverlässig sichergestellt werden, vorausgesetzt daß Vergleichspräparate zur Verfügung stehen. An Hand von Vergleichsproben sind auch die Röntgenpulverdiagramme zur Identifizierung gut brauchbar. Die Unterscheidung der Basen vom Diphenyl- und Diphenylamintypus ist ferner auf Grund des polarographischen Verhaltens der Reaktionsprodukte mit salpetriger Säure sowie durch Vergleich der UV-Spektren in neutralem und saurem Medium möglich. Die Semidine IV und V sind außer polarographisch auch durch Farbreaktionen (Diazotieren und Kuppeln mit N-α-Naphthyläthylendiamin) zu unterscheiden. A. Kurtenacker

Über die Anwendung der Methode der Gegenstromverteilung zur quantitativen Analyse von Isomerengemischen berichten V. M. Bajkina und A. S. Chochlov[4]. Der erforderliche Apparat und die Arbeitsweise sind bereits beschrieben worden[5]. Eine bedeutende Verbesserung wird dadurch erreicht, daß man bei der Gegenstromverteilung die obere Phase abnimmt. Der Erfolg dieser Arbeitsweise wird am Beispiel der *ortho- und para-Isomeren der Chlorbenzoesäure* gezeigt. Das System der Lösungsmittel ist so auszuwählen, daß die Verteilungskoeffizienten K_1 und K_2 der zu trennenden Stoffe sich möglichst stark unterscheiden, die Lösungsmittel sollen

[1] Ž. anal. Chim. **12**, 143—145 (1957) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Landw. Inst., Swerdlowsk.

[2] Chem. Listy **51**, 292—301 (1957) [Tschechisch]. Forsch.-Inst. f. organ. Synthesen, Pardubice-Rybitví (ČSR).

[3] Gasparič, J., J. Petránek und M. Večeřa: Mikrochim. Acta (Wien) **1955**, 1026; vgl. diese Z. **152**, 385 (1956).

[4] Ž. anal. Chim. **12**, 118—127 (1957) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Allunions forschungswiss. Inst. f. Antibiotica, Moskau.

[5] Chochlov, A. S., und V. M. Bajkina: Ž. anal. Chim. **11**, 651 (1956).

sich rasch, vollständig und klar entmischen sowie keine sonst unangenehmen Eigenheiten bekunden. Es werden folgende Systeme ausprobiert: CCl_4—CH_3OH—H_2O, Chlorbenzol—CH_3OH—H_2O, $CHCl_3$—Butylalkohol—H_2O, Butylalkohol—halbgesättigte NaCl-Lösung mit 0,0667 n Phosphatpufferlösung mit verschiedenen p_H-Werten. Dieses letztere Lösungsmittelsystem erwies sich als das bequemste, und zwar mit dem p_H-Wert 5,9 (gemessen mit der Sb-Elektrode). — Die Menge der Chlorbenzoesäure (ClBS) wurde in jeder Einzelprobe durch Titration mit 0,01 n Natronlauge und Phenolphthalein bestimmt, wobei (um kein Zweiphasensystem zu erhalten), je 10 ml der abgenommenen oberen Phase mit 5 ml neutralem Äthylalkohol versetzt wurden. In die Nullzelle des Apparates (dessen jede Zelle 10 ml der schweren Phase enthielt) wurde die reine leichte Phase eingebracht, intensiv umgerührt und nach der Entmischung wurde sodann die leichte Phase in die Nachbarzelle übergeführt. Diese Operationen wurden mehrfach wiederholt und erst danach wurde das Analysengemisch in die Nullzelle eingebracht. Durch diesen Kunstgriff wurde eine leichte Gleichgewichtseinstellung unmittelbar vor der Verteilung erreicht. Bei der Analyse der Isomerengemische mit 80, bzw. 50 und 20% p-Säure und 20, 50 bzw. 80% o-Säure betrugen die erhaltenen Abweichungen höchstens wenige Zehntel Prozente (absolut). Bei der Mischung von 20% p- und 80% o-ClBS konnte die Menge der p-Säure nur aus der Differenz ermittelt werden. — Die Verteilungskurven für die Isomeren [T' (Verteilung)/Überführungsnummern] weisen stets 2 Maxima auf. Die Verff. entwickeln mathematische Formeln für die Gegenstromverteilung mit Abnahme der oberen Phase, die mit den experimentellen Ergebnissen sehr gut in Einklang stehen. — Das Ergebnis der Untersuchung läßt sich so zusammenfassen, daß mit dem Apparat aus 21 primären Zellen bei Verwendung des Verfahrens der Abnahme der oberen Phase die quantitative Analyse der Gemische von o- und p-ClBS bei Einwaagen von 0,1—0,2 g mit Fehlern bis zu 1% (meistens jedoch weit genauer) möglich wird. Der Umstand, daß das Verfahren mathematisch voll erfaßbar ist, gibt die Möglichkeit einer unmittelbaren dauernden Kontrolle der Versuchsergebnisse. A. v. Wilpert

Amperometrische Titration von Dodecylpyridiniumbromid mit Natriumdodecylsulfat. Dodecylpyridiniumbromid ist nach N. Tanaka und R. Tamamushi[1] in 0,1 m Natronlauge an einer *polarographischen* Diffusionsstromstufe bei —1,325 V (gegen gesättigte Kalomelelektrode) bestimmbar, da die Stufenhöhe im Bereich $6 \cdot 10^{-5}$ bis $2 \cdot 10^{-3}$ m Lösungen der Konzentration proportional ist, wenn die Lösung zur Unterdrückung eines Maximums $2 \cdot 10^{-4}$ m ist an Polyoxyäthylenlauryläther. — Die amperometrische Titration des Bromides mit Natriumdodecylsulfat beruht darauf, daß der Niederschlag in 10^{-4} bis 10^{-3} m Lösung ausreichend schwer löslich ist, so daß L-förmige Titrationskurven resultieren. Am besten wird bei —1,325 V mit 2 bis $10 \cdot 10^{-3}$ m Lösung (an der Quecksilbertropfelektrode) titriert, die 0,1 m an Natriumhydroxyd und $2 \cdot 10^{-4}$ m am Lauryläther ist, und indem nach jeder Zugabe etwa 6 min gewartet wird. Die mittlere Abweichung der Analyse liegt bei $\pm$ 0,005 millimolar. K. Cruse

IV. Spezielle analytische Methoden

1. Analyse von Lebensmitteln

Einige einfache papierchromatographische Verfahren für die Lebensmittelkontrolle beschreibt. J. Peltzer[2]. Er benutzt Papier Schl. & Sch. 2043b, das er

[1] Nature (London) **179**, 311—312 (1957). Tôhoku Univ., Sendai (Japan).

[2] Mitt.-Blatt GDCh-Fachgr. Lebensmittelchemie u. gerichtl. Chemie **11**, 31—34 (1957).

in Quadratform (10×10 cm) ausschneidet. In der Mitte dieses Quadrates auf einem Kreis von 1 cm Durchmesser werden die zu untersuchende und die Vergleichslösung aufgetragen. Das Papier wird zwischen zwei Petri-Schalen von 9 cm Durchmesser gelegt. Auf den Rand der unteren Schale wird ein Gummistreifen von U-förmigem Querschnitt gezogen. Das Fließmittel befindet sich in einer kleineren Schale von 7,5 cm Durchmesser, die in die größere gestellt ist. Das Aufziehen des Fließmittels erfolgt durch einen Wollfaden, der oben etwa 0,5 und unten etwa 4 cm herausragt. Diese Methodik wird bei allen angeführten Verfahren beibehalten. — *Zum Polyphosphatnachweis in Wurst* werden 4 g Trichloressigsäure mit 20 g zerkleinertem Wurstgut (bei wasserarmen Dauerwürsten noch 5 ml dest. Wasser zugeben) bei 30—40° C gut mit einem Glasstab durchgearbeitet, bis sich das Serum abgeschieden hat. Vom Serum trägt man 0,01 ml auf einen Kreis auf. Zum Vergleich dienen 0,5%ige Polyphosphatlösungen, die auf andere Kreise aufgetragen werden. Als Fließmittel dient eine Mischung aus 35 ml Isopropanol, 10 ml 20%iger Trichloressigsäure, 5 ml Wasser und 0,15 ml 25%iger Ammoniaklösung. Nachdem die Flüssigkeit bis zum Schalenrand gewandert ist, trocknet man und besprüht mit einer Mischung aus gleichen Teilen 7,5%iger Ammoniummolybdatlösung und konz. Salpetersäure (D 1,4). Man trocknet im Trockenschrank bei 105° C. Dann wird mit einem Gemisch aus 0,5 g Aminonaphtholsulfonsäure (Eikonogen), 195 ml 15%iger Natriumhydrogensulfit- und 5 ml 20%iger Natriumsulfitlösung behandelt. Orthophosphat gibt sich durch einen blauen Außenring zu erkennen. Blaufärbung im Startpunkt oder Innenringe bedeuten stets Polyphosphat. Bei Prüfung vieler Proben wird eine 14 cm-Schale verwendet; auf dem entsprechenden Papier wird ein Kreis von 3 cm-Durchmesser zum Auftragen der zu untersuchenden und Vergleichslösungen aufgeteilt. Mit dem gleichen Serum ist der *Nachweis von Zuckern (Stärkesirup) in Wurst möglich.* Man trägt allerdings nur 0,005 ml auf und verwendet 0,5%ige Zuckerlösungen. Als Fließmittel dient Isobutanol-Pyridin-Wasser (6:4:3). Zum Sichtbarmachen wird mit einer frischen Lösung von 1,23 g p-Anisidin und 1,66 g Phthalsäure in 100 ml Alkohol besprüht. Saccharose ist mit einer Lösung von 0,2 g Naphthoresorcin in 100 ml Alkohol, die mit der gleichen Menge einer 10%igen Trichloressigsäure gemischt wird, sichtbar zu machen. — Für den *Farbstoffnachweis in Marmeladen, eingemachten Früchten, Süßmosten* usw. wird eine möglichst konzentrierte Lösung aufgetragen, bei Marmeladen eine Mischung mit Wasser 1:1, Säfte werden vorher mit Hilfe des Föhns eingeengt. Als Fließmittel dient eine 2%ige Lösung von Trinatriumcitrat in 2,5%igem Ammoniak. Naturfarbstoffe werden durch Ammoniak unansehnlich, der natürliche Farbstoff der Waldbeeren bleibt am Startpunkt, während die künstlichen Farbstoffe auswandern und leicht zu erkennen sind. L. Acker

Den Bleigehalt von Trockenhefe bestimmt E. Burger[1] auf folgende Weise mit Dithizon. Bei einem Bleigehalt von 1—3 mg/kg werden 2,5—5 g Hefe bei höchstens schwacher Rotglut verbrannt und etwaige Kohlereste mit rauchender Salpetersäure zerstört. Die Asche wird mit Salzsäure und etwas festem Hydroxylammoniumchlorid abgeraucht, in verdünnter Salzsäure aufgenommen und der p_H-Wert der Lösung unter Verdünnen auf 20 ml mit Natronlauge auf 9,3—9,4 gebracht. Hierzu fügt man 20 ml einer Tarnlösung, welche in 1000 ml 65 g krist. Citronensäure, 35 g Natriumhydroxyd und 5 g Kaliumcyanid enthält und mit Ammoniak ebenfalls auf einen p_H-Wert von 9,3—9,4 eingestellt ist. Man schüttelt nun mit 5 ml einer Lösung von 3 mg Dithizon in 100 ml Chloroform durch, wobei die Chloroformschicht je nach der Bleimenge einen zwischen grün und violett liegenden Farbton annimmt. Daneben setzt man mit denselben Reagensmengen

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **104**, 434—436 (1956). Univ. Heidelberg.

eine Vergleichsprobe mit soviel einer Standard-Bleilösung an, daß der gleiche Farbton wie in der Analysenprobe erreicht wird. Die Fehlerbreite dieses Verfahrens beträgt $\pm$ 0,3 mg Pb/kg Hefe. F. NEUMANN

Für den Fremdfettnachweis in Schokoladen sind nach L. ACKER und M. LENZ[1] die konventionellen Fettkennzahlen nach wie vor geeignet, während das Verfahren von A. PURR[2] (fraktionierte Kristallisation des Fettes bei — 14° C und Untersuchung der flüssigen Phase) aufwendig und seine Anwendung im normalen Untersuchungsgang nur dann gerechtfertigt ist, wenn Verdachtsmomente aus den ermittelten Kennzahlen eine weitere Stütze erfordern. Für die Erkennung kleiner Mengen an Fetten der Kokosfettgruppe ist besonders die Gesamtzahl der niederen Fettsäuren geeignet. Hartfette lassen sich im allgemeinen mit der Isoölsäurebestimmung nach J. GROSSFELD[3] gut erkennen. Die etwas umständliche Methode läßt sich vereinfachen, wenn man die von GROSSFELD angegebenen Operationen in dem Filterkolben ausführt, wie er von M. POTTERAT und H. ESCHMANN[4] für die Bestimmung der reduzierenden Zucker angegeben worden ist. Das Ausfällen der Bleisalze, die Extraktion und das Filtrieren lassen sich dann in ein und demselben Kolben durchführen. L. ACKER

Den Nachweis von synthetischen Aromen, Zichorie und Karamelstoffen in Kaffee-Extrakten nimmt H. VAN DEN DOOL[5] nach einer Modifikation der Methode von G. SÉRIS[6] vor. — *Arbeitsweise.* Man wägt etwa 0,5 g des Extraktes in ein Zentrifugenglas ein, löst ihn in 5 ml 30%igem Alkohol (v/v), schüttelt 2 min lang mit 5 ml Cyclohexan aus, zentrifugiert und überführt die organische Phase in ein 10 ml-Meßkölbchen. Man verfährt mit weiteren 5 ml Cyclohexan in der gleichen Weise, füllt auf und bestimmt das UV-Absorptionsspektrum. Die von SÉRIS gegebenen Kriterien für die Anwesenheit von synthetischen Aromen werden vom Verf. als nicht ausreichend angesehen. Verf. empfiehlt, die Absorption bei 275 mμ zu messen, da er festgestellt hat, daß zwischen der Extinktion bei 275 mμ der von ihm untersuchten echten Extrakte und der Trockensubstanz eine einfache Beziehung besteht: $E = (3{,}4 + 0{,}28\,m) \pm 2{,}0$, wobei E den Extinktionskoeffizient bei 275 mμ, ausgedrückt in Gramm $\cdot$ ml^{-1} $\cdot$ cm^{-1} und m die Trockensubstanz in Prozenten bedeuten. Man trägt diese Gerade mit den im Abstand von $\pm$ 2,0 liegenden Parallelen auf. Die unverfälschten Extrakte liegen im Gebiet innerhalb der beiden Parallelen. Liegen aber die Punkte oberhalb dieses Gebietes, dann war der Extrakt mit synthetischem Aroma verstärkt. Bei Zusatz von Zichorie oder Karamelstoffen befinden sich die Punkte unterhalb dieses Bereichs. L. ACKER

Bestimmung von Farbstoffen durch Extraktion und Chromatographie auf Tonerde. M. MOTTIER[7] berichtet neuerlich[8] über Untersuchungen zur Extraktion und anschließenden chromatographischen Entwicklung auf Tonerdeplatten von

[1] Mitt.-Blatt GDCh-Fachgr. Lebensmittelchemie u. gerichtl. Chemie **11**, 29—31 (1957).

[2] Fette u. Seifen **56**, 823 (1954), **57**, 120, 173 (1955); vgl. diese Z. **147**, 290 (1955); **149**, 383 (1956).

[3] Z. Unters. Lebensmittel **76**, 340 (1938); vgl. diese Z. **118**, 173 (1939/40).

[4] Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. (Bern) **45**, 329 (1954); vgl. diese Z. **150**, 41 (1956).

[5] Ann. Falsificat. Fraudes **50**, 23—29 (1957). Etablissements Polak et Schwarz.

[6] Ann. Falsificat. Fraudes **47**, 26 (1954); vgl. diese Z. **146**, 302 (1955).

[7] Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. (Bern) **47**, 372—386 (1956).

[8] Frühere Mitteilung siehe M. MOTTIER und M. POTTERAT: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **13**, 46 (1955); vgl. diese Z. **150**, 394 (1956).

50 wasser- bzw. 10 fettlöslichen Farbstoffen. Außerdem wird, in Anlehnung an die Streifenpapierchromatographie von W. MATTHIAS[1] und E. SCHWERDTFEGER[2], die Herstellung von Tonerdeplatten beschrieben, die sich für die chromatographische Trennung größerer Farbstoffmengen eignen. — *Extraktion wasserlöslicher Farbstoffe.* 10 ml der wäßrigen, nicht zu konzentrierten Farbstofflösung werden mit 10 ml Pufferlösung p_H 3,2 (3,5 g Natriumacetat + 50 ml Eisessig in 1 Liter) und 10 ml Chinolinlösung versetzt, geschüttelt, zentrifugiert und getrennt. Die den Farbstoff enthaltende Chinolinphase wird mit Wasser (auf 0,25 ml 1 ml Wasser) und Äther (auf 20 ml 30 ml Äther) versetzt, wiederum geschüttelt, zentrifugiert und getrennt. In den meisten Fällen befindet sich der Farbstoff wieder in der wäßrigen Phase, die zum Chromatographieren verwendet wird. Bleibt der Farbstoff ganz oder teilweise in der Chinolin-Ätherphase, wird entweder ein Überschuß Äther oder eine Mischung Chinolin-Äther-Wasser zugegeben, die mit einigen Tropfen Salzsäure (saure Farbstoffe) bzw. Natronlauge (basische Farbstoffe) versetzt ist. Gleichfalls kann der Farbstoff aus der Chinolin-Ätherphase mit hochaktiviertem Aluminiumoxyd (Brockmann, 1 Std auf ungefähr 400° C erhitzt) bei Anwesenheit eines großen Ätherüberschusses adsorbiert werden; die Tonerdephase dient dann für die Chromatographie. Selten scheidet sich der Farbstoff in der Phasengrenze in Flocken aus, diese werden nach Abheben der oberen Phase in Äthanol gelöst. — *Extraktion fettlöslicher Farbstoffe.* Die Lösung des Farbstoffes in Pentan oder Petroläther wird mit hochaktiviertem Aluminiumoxyd versetzt, dieses nach dem Schütteln, Zentrifugieren und Dekantieren der Flüssigkeit einige Male mit Pentan oder Petroläther gewaschen und an der Luft getrocknet. Diese Tonerde dient als Ausgangsstoff zur Chromatographie. — Als Lösungsmittel zur chromatographischen Entwicklung dienen n-Butanol/Äthanol/Wasser in 5 verschiedenen Mischungsverhältnissen bzw. 80 und 60%iger Alkohol. Nach den Ergebnissen der Chromatographie teilen sich die wasserlöslichen Farbstoffe in folgende Gruppen auf: 1. Die Farbstoffe, aus essigsaurem, wäßrigem Medium extrahiert, wandern vollständig vom Startpunkt weg (z. B. Malachitgrün), 2. die Farbstoffe, aus wäßrig-salzsaurem Medium extrahiert, wandern ebenfalls vollständig (z. B. Chrysoidin), 3. die Farbstoffe, aus wäßrig-essigsaurem Medium extrahiert, wandern nur teilweise (z. B. Auramin O, Säuregelb R, Chinolingelb u. a. m.), 4. die Farbstoffe, aus essigsaurem Medium extrahiert, wandern nicht (z. B. Naphtholgelb S u. a.), 5. die Farbstoffe, die an Tonerde adsorbiert werden mußten, wandern nur teilweise (z. B. Erythrosin, Viktoriablau B u. a.). — Untersuchungen über den Verbleib bei der Extraktion der aus dem Puffer stammenden Essigsäure ergeben, daß ungefähr 51% der Säure in die Chinolinphase gehen. Andererseits gehen etwa 7% des Chinolins in die wäßrige Phase über, aus der sie jedoch leicht wieder entfernt werden können. Der Essigsäure des Puffergemisches kommt insofern eine besondere Rolle zu, als sie beim Extrahieren saurer Farbstoffe diese leicht in die freien Säuren umwandelt, die dann beim Chromatographieren auf Tonerdeplatten mit neutralen Lösungsmittelgemischen infolge starker Adsorption schlecht oder gar nicht wandern. Um dies zu verhindern, werden die wäßrigen Farbstoffextrakte bzw. wird die gefärbte Tonerde vor dem Chromatographieren mit 1 n Natronlauge oder Sodalösung alkalisch gemacht. D. JENTZSCH

Die Xanthindehydrasebestimmung in Milch haben F. KIERMEIER und K. VOGT[3] auf ihre Verwendbarkeit für die Lebensmittelüberwachung untersucht. Nach eigenen Untersuchungen steigt zwar der Gehalt an diesem Enzym im Verlaufe

[1] Naturwissenschaften **41**, 17 (1954); vgl. diese Z. **143**, 287 (1954).
[2] Naturwissenschaften **41**, 18 (1954); vgl. diese Z. **143**, 288 (1954).
[3] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **105**, 194—198 (1957). T. H., München.

der Lactationsperiode an, schwankt aber dann doch im späteren Verlauf so stark, wobei mitunter die niedrigen Werte der Kolostralperiode wieder erreicht werden, daß sich die Bestimmung des Enzyms für eine Unterscheidung darüber, ob die Milch aus früher oder später Lactationsperiode stammt, nicht eignet. Nach Angaben verschiedener Autoren soll die Xanthindehydrase durch Kühlung aktiviert werden. Die Aktivierung tritt bereits bei Temperaturen um 20° C ein, nach den Versuchen der Verff. ist durch nachfolgende Kühlung auf 0° C eine weitere Aktivierung nicht mehr möglich. Der Xanthindehydrasebestimmung als Möglichkeit zur Unterscheidung von gekühlter und ungekühlter Milch wird daher keine praktische Bedeutung beigemessen. L. ACKER

Über die Analyse synthetischer sauerstoffhaltiger Carotinoide wie *Zeaxanthin*, *Kryptoxanthin* usw., wie sie in *Futtermitteln* Verwendung finden, berichten O. ISLER, S. NOBILE und P. ZELLER[1]. Da die einzelnen sauerstoffhaltigen Verbindungen sich im Absorptionsspektrum nicht oder kaum von β-Carotin unterscheiden, muß der spektrophotometrischen Bestimmung eine Trennung vorhergehen. Zu diesem Zwecke wird das Gemisch der Carotinoide in Petrolätherlösung an Al_2O_3 chromatographiert, wobei die Kohlenwasserstoffe durchlaufen, die hydroxylhaltigen Carotinoide aber festgehalten werden. Durch Zusatz von Äther zum Petroläther können diese ebenfalls eluiert und dann spektrophotometrisch bestimmt werden. L. ACKER

Vitamine. *Für die Serienbestimmung von Vitamin B_1 mittels Säulenchromatographie* gibt I. ANTENER[2] eine Spezialapparatur an. Sie beruht auf dem bekannten Verfahren[3] der Reinigung an einem Ionenaustauscher. Die Apparatur besteht aus 4 bzw. 8 einzelnen Adsorptionskolonnen aus Glas. Als Ionenaustauscher dient das unter der Handelsbezeichnung „Decalso" bekannte Präparat. Die einzelnen Säulen sitzen auf Saugflaschen und diese sind über ein Sammelrohr, das für jede Abzweigung eine Regulierung durch Nadelventil vorsieht, an eine Saugpumpe angeschlossen. Die Kolonne ist von einem Heizmantel umschlossen, durch den während des Waschens nach der Adsorption Dampf geleitet wird. Die Elution erfolgt mit saurer KCl-Lösung, das Eluat wird in einem 25 ml-Saugrohr aufgefangen. Die Bestimmung von Vitamin B_1 wird nach zwei mikrobiologischen Methoden (mit Lactobacillus fermentum und mit Phycomyces blakesleeanus) und nach der Thiochrommethode vorgenommen. — In verschiedenen Erzeugnissen wurde der Aneuringehalt mit diesen Methoden mit und ohne Extraktreinigung an der Decalso-Säule bestimmt. Bei einem Polyvitaminpräparat wurden nach allen drei Verfahren mit und ohne Reinigung gut übereinstimmende Werte gefunden. Bei kompliziert zusammengesetzten Lebensmiteln wie Kindermehl und Kraftnahrung mit Kakao fielen die Werte ohne Reinigung weit auseinander. Die mikrobiologischen Methoden lieferten bei der direkten Bestimmung zu hohe, die Thiochrommethode zu niedrige Werte (infolge Fluorescenzauslöschung). Dagegen lagen nach Reinigung mit Decalso die mit den drei verschiedenen Verfahren gewonnenen Werte gut beieinander.

Die radiopapierchromatographische Trennung geringer Radio-Vitamin-B_{12}-(^{60}Co-)Mengen von anorganischem ^{60}Co führen H. C. HEINRICH und R. G. VON HEIMBURG[4] auf folgende Weise durch. Sie arbeiten im eindimensionalen Verfahren auf-

[1] Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. (Bern) **47**, 422—423 (1956). Hoffmann-La Roche & Co. A.G., Basel (Schweiz).

[2] Mitt. Lebensmittel- Unters. u. -Forsch. **47**, 415—421 (1956); Vitaminlabor. Afico S.B., Tour-de-Peilz.

[3] Ind. Engng. Chem. **13**, 380 (1941); J. Amer. chem. Soc. **61**, 179 (1939); Analyst. **76**, 127 (1951); vgl. diese Z. **136**, 157 (1952).

[4] Z. med. Isotopenforsch. **1**, 46—53 (1956). Univ. Hamburg.

steigend bei 20—25° C unter Verwendung von Methyläthylketon-Salzsäure(1,19)-Äthanol (90:5:5) (R_f-Wert von Vitamin $B_{12} = 0$, von anorg. Co = 0,86) oder von Phenol-Wasser (10:2) (R_f-Wert von Vitamin $B_{12} = 0{,}96$, allerdings mit einem Schwanz bis zu R_f 0,48, von anorg. Co = 0) und Filterpapier Schl. & Sch. 2043 b. Die Trennung mit wassergesättigtem Collidin in NH_3-Atmosphäre gelingt weniger gut wegen des geringen Unterschiedes im R_f-Wert. Das Arbeiten mit diesem Fließmittel ist aber bei Fehlen von anorg. Co für andere Zwecke gut geeignet. Nach Trocknung der 38 mm breiten Papierstreifen werden diese radiometrisch in einer besonderen Apparatur ausgewertet unter Benutzung der β-Strahlung des ^{60}Co, wobei die Streifen zwischen 2 Zählrohren durchgezogen werden. Die Stärke der Strahlung wird durch einen Linienschreiber registriert. Die Messung kann empfindlicher gestaltet werden durch Benützung der γ-Strahlung. Dazu werden die Papierstreifen zwischen Startlinie und Lösungsmittelfront in parallele Streifen von 1 cm Breite geschnitten, jeder Streifen für sich zusammengerollt, auf den Boden eines Fiolax-Reagensglases gebracht und dann im Bohrlochkristall eines Scintillationszählers gemessen.

Zur Bestimmung von Vitamin D neben verwandten Verbindungen, insbesondere Umwandlungsprodukten, durch Bestrahlung haben W. H. C. Shaw, J. P. Jefferies und T. E. Holt[1] zunächst die verschiedenen Umwandlungs- und Bestrahlungsprodukte aus der Vitamin D_2-Reihe (Lumisterin, Tachysterin, Precalciferol$_2$, Pyrocalciferol$_2$, iso-Pyrocalciferol$_2$, Suprasterin$_2$) sowie Precalciferol$_3$ dargestellt und ihre Eigenschaften (maximale Absorption im UV-Licht, Molekularextinktion, Verhalten gegenüber $SbCl_3$) untersucht. Die Darstellungsweise ist im einzelnen beschrieben, die Absorptionsspektren der einzelnen Verbindungen sind im Original angegeben.

Die Analyse der Bestrahlungsprodukte der Vitamin D-Reihe (s. auch vorstehendes Ref.) nehmen W. H. C. Shaw und J. P. Jefferies[2] mit Hilfe der UV-Absorption und der Farbreaktion mit $SbCl_3$ vor. Die Anwendung dieser Verfahren setzt jedoch die Auftrennung der einzelnen Verbindungen in bestimmte Gruppen mit Hilfe chromatographischer Methoden voraus. Hierzu wird nach Brockmann aktiviertes Al_2O_3 verwendet. Durch Elution mit Petroläther (Kp 40—60° C), der 6 Vol-% Aceton enthält, werden 6 g-Fraktionen aufgefangen. Die Einzelfraktionen werden zu Gruppen zusammengefaßt, in denen Messungen bei 260 und 280 mμ vorgenommen werden. Die Berechnung erfolgt mit Hilfe mehrerer Gleichungen aus den Extinktionen bei den genannten Wellenlängen. Für die colorimetrische Bestimmung wird das $SbCl_3$-Acetylchlorid-Reagens nach C. H. Nield, W. C. Russell und A. Zimmerli[3] verwendet. Einzelheiten der Durchführung sind dem Original zu entnehmen. Aus Mischungen bekannter Zusammensetzung wurden nach beiden Methoden die einzelnen Verbindungen in befriedigendem Umfange wiedergefunden.

L. Acker

2. Analyse von Materialien der Industrie, des Handels und der Landwirtschaft

Zur Abtrennung und Bestimmung von Kupfer als Kupfer(I)-rhodanid in metallurgischen Produkten ändert E. C. Stathis[4] das von L. E. Rivot[5] entwickelte

[1] Analyst **82**, 2—7 (1957). Glaxo Lab. Greenford, Mdsx. (England).

[2] Analyst **82**, 8—18 (1957).

[3] J. biol. Chemistry **136**, 73 (1940). — Cox, H. E.: Analyst **75**, 521 (1950); vgl. diese Z. **134**, 443 (1951/52).

[4] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **16**, 21—24 (1957). Univ. Athen (Griechenland).

[5] C. R. Acad. Sci. (Paris) **38**, 868 (1954).

Verfahren dahingehend ab, daß die Reduktion der Kupfer(II)-ionen in salpetersaurer Lösung mittels Ascorbinsäure erfolgt. Da Blei, Wismut, Cadmium, Phosphat, Zink, Antimon, Eisen, Mangan, Nickel und Chrom nicht stören, kann das Verfahren auf zahlreiche Legierungen angewendet werden. In Anwesenheit von Wismut wird der Kupferrhodanidniederschlag vor dem Trocknen mit verd. Salpetersäure (1 ml 15,7 n Säure + 49 ml Wasser) und dann mit 150 ml Wasser gewaschen. — *Arbeitsweise für Silberlegierungen.* 0,2 g Probe werden in 3 ml 6 n Salpetersäure gelöst. Nach Vertreiben der Stickoxyde verdünnt man zu 20 ml, erhitzt auf 90—100° C, versetzt unter Rühren mit 8,5 ml 3%iger Ascorbinsäurelösung, erhitzt weitere 15 min und filtriert durch einen Porzellanfiltertiegel. Der Rückstand wird mit heißem Wasser gewaschen, verglüht und als Silber ausgewogen. Filtrat und Waschwasser werden zu 200 ml verdünnt, nach dem Erkalten unter Rühren mit 2 ml 10%iger Kaliumrhodanidlösung versetzt und noch 5 min weitergerührt. Nach 30 min saugt man durch einen Glasfiltertiegel ab und trocknet nach dem Auswaschen mit Wasser bei 120° C. — *Arbeitsweise für Bronze.* 0,25 g werden in Salpetersäure (1 : 1) gelöst, 45 min mit bedecktem Uhrglas erhitzt, auf 5 ml eingedampft, auf 50 ml verdünnt, 15 min bei 80—90° C erhitzt und anschließend filtriert. Nach Auswaschen der abgeschiedenen Zinnsäure mit Salpetersäure (1 : 20) füllt man Filtrat und Waschwasser in einem 200 ml-Meßkolben auf. In einem aliquoten Teil von 40 ml wird nach Verdünnen auf 200 ml das Kupfer mit 8,5 ml Ascorbinsäurelösung und 2 ml Kaliumrhodanidlösung bei Zimmertemperatur gefällt. Nach 30 min wird filtriert, mit 50 ml Salpetersäure (1 ml 15,7 n Salpetersäure + 49 ml Wasser) und 150 ml Wasser gewaschen und bei 120° C getrocknet. — *Arbeitsweise für Gußeisen.* 0,5 g werden nach Aufkochen mit 50 ml Schwefelsäure (1 : 4) vorsichtig mit 5 ml 6 n Salpetersäure versetzt. Nach Zersetzung der Carbide und Vertreibung der Stickoxyde wird auf 100 ml verdünnt, nach 5 min heiß in einen 250 ml-Meßkolben filtriert und mit 100 ml heißem, schwefelsäurehaltigem Wasser ausgewaschen. 50 ml des aufgefüllten Filtrates werden auf 150 ml verdünnt, unter Rühren mit 20 ml Ascorbinsäurelösung und 2 ml Kaliumrhodanidlösung versetzt und wie oben weiterverarbeitet. — *Arbeitsweise für Stahl.* 1 g Stahl (0,1—0,2% Cu) wird in der Wärme mit 20 ml Schwefelsäure (1 : 4) gelöst, nach Versetzen mit 5 ml 6 n Salpetersäure 30 min erhitzt, zu 100 ml verdünnt und nach 3 min heiß filtriert. Nach Auswaschen mit 100 ml heißem, schwefelsäurehaltigem Wasser wird das Filtrat, dessen Volumen etwa 200 ml betragen soll, bei Zimmertemperatur mit 20 ml 11%iger Ascorbinsäurelösung und 2 ml Kaliumrhodanidlösung versetzt und wie üblich weiterverarbeitet. — Die Beleganalysen zeigen eine max. Abweichung von 0,08%. H. Garschagen

Ein jodometrisches Verfahren der Siliciumbestimmung, das von R. M. Veicman[1] beschrieben wird, beruht auf der Reduktion der Siliciummolybdänheteropolysäure mit Kaliumjodid zu Molybdänblau mit fünfwertigem Molybdän, wobei entweder die blaue Farbe der Heteropolysäure oder auch die Farbe des entstandenen Jods nach dessen Extraktion mit Isobutanol colorimetriert oder schließlich das freigewordene Jod titriert wird. Im letzten Fall soll die Kieselsäurekonzentration nicht 2 mg/25 ml Ausgangslösung übersteigen, da sonst die blaue Farbe des Heterokomplexes die Entfärbung der Stärke nicht genau erkennen läßt. Boräure katalysiert die Bildung der blauen Heteropolysäure. Bei p_H 1,7—2 in Gegenwart von Borsäure bildet sich der Komplex mit einem Überschuß an 0,008 m Ammonmolybdatlösung in der Kälte quantitativ in 5—7 min. Es wird mit einem 200—400fachen Jodüberschuß gearbeitet. Ein konstanter p_H-Wert wird durch ein Gemisch von Natriumorthophosphat, Borsäure und Citronensäure eingehalten. Bei Anwesenheit von Fe, Cr^{III} und anderen

[1] Zavodskaja Laborat. **23**, 153—157 (1957) [Russisch]. Allunions wissensch. Forsch.-Inst. f. harte Legierungen.

Ionen wird in Gegenwart der suspendierten sauren Phosphate dieser Ionen titriert.— *Analysengang.* Beim Fehlen von Beimischungen fügt man zu 20—25 ml der neutralen oder schwachbasischen Lösung 1 g Borsäure und versetzt mit 1 : 4 verdünnter Schwefelsäure, bis Bromphenolblau nach Gelb umschlägt. Darauf setzt man noch 0,5 ml der Schwefelsäure und 3 ml einer 10%igen Ammoniummolybdatlösung hinzu. Nach 5 min gibt man in die gelbe Lösung 2 ml gesättigte Natriumorthophosphatlösung, rührt 1—2 min und versetzt anschließend mit 10 ml 20%iger Kaliumjodidlösung sowie 5 ml 10%iger Citronensäurelösung. Man läßt im Dunkeln 15 min bedeckt stehen, verdünnt auf 100—150 ml, versetzt mit 2 ml 0,5%iger Stärkelösung und titriert mit 0,004 n Natriumthiosulfatlösung. *Für die Siliciumbestimmung in Titandioxyd, Siliciumcarbid, Wolframsäureanhydrid und Wolframkonzentrat* schließt man die Einwaage im Platintiegel mit Soda auf, laugt mit siedendem Wasser aus, filtriert, wäscht mit 3%iger heißer Sodalösung und sammelt Filtrat und Waschwässer in einem 100—200 ml-Kolben. Man füllt zur Marke auf, entnimmt 20 ml und verfährt wie oben beschrieben. — *Für die Siliciumbestimmung in Stahl* löst man 1 g Einwaage in 40 ml Schwefelsäure (1 : 8). Nach dem Lösen setzt man 3 g Ammoniumpersulfat zu und kocht die auf 60—70 ml verdünnte Lösung, bis alles Eisen oxydiert und überschüssiges Persulfat zerstört sind. Chromat wird durch Kochen mit 25 ml Alkohol reduziert. Man füllt auf 100 ml auf und entnimmt 10 ml, denen man 1 g Borsäure zusetzt und mit NaOH neutralisiert, bis basische Salze ausfallen, die man mit Schwefelsäure wieder löst. Dann wird genau wie oben verfahren. — *Analysengang für die colorimetrische Bestimmung.* 10—20 ml der basischen Lösung neutralisiert man mit 1 : 4 verdünnter Schwefelsäure gegen Kongorot und setzt einen Überschuß von 0,2 ml Schwefelsäure zu. Man verfährt wie oben weiter bis zur Reduktion des Komplexes, bringt die Lösung in einen Scheidetrichter, extrahiert mit 10 ml Isobutanol und gibt die wäßrige Schicht in den Erlenmeyer-Kolben zurück, den Extrakt in einen 50 ml-Meßkolben. Man wiederholt die Extraktion, bis eine neue Portion Isobutanol nicht mehr gelb gefärbt wird. Dann füllt man die vereinigten Extrakte auf 50 ml auf, mißt die Intensität der Färbung unter Verwendung eines Blaulichtfilters und vergleicht mit einer Eichlösung. W. Böhm

Über ein jodometrisches Verfahren zur Zirkoniumbestimmung in Erzen berichten Ju. A. Černichov und G. I. Kučmistaja[1]. Die Trennung des Zirkoniums von anderen Elementen beruht auf der Beständigkeit von $ZrSiO_4$ gegen Säuren; das Erz wird mit Flußsäure und Schwefelsäure behandelt, das nicht zerlegte $ZrSiO_4$ wird abfiltriert und mit Kaliumhydrogenfluorid geschmolzen. Aus der von anderen Elementen freien Lösung, die ein Drittel des Volumens freie Salpetersäure und einen 15—20fachen Kaliumjodatüberschuß enthält, fällt Zirkonium amorph mit der konstanten Zusammensetzung $2\,Zr(JO_3)_4 \cdot KJO_3 \cdot 8\,H_2O$ aus; bei längerem Stehen und Rühren bildet sich eine kristalline Form der Zusammensetzung $2\,Zr(JO_3)_4 \cdot \cdot 5\,KJO_3 \cdot HJO_3$, die eine außerordentlich geringe Löslichkeit besitzt. Der Niederschlag wird titriert. Ein zum Zirkonium relativer Gehalt von 1% Hafnium erniedrigt die Ergebnisse um 0,5%. Bei einem Gehalt von Zehntelprozenten ZrO_2 betragen die maximalen Abweichungen zwischen Parallelbestimmungen 0,04%. Die jodometrisch erhaltenen Ergebnisse stimmen gut mit den gravimetrischen überein. — *Analysengang.* 1 g feinzerkleinertes Material erwärmt man in einer Platinschale mit 15 ml Flußsäure, setzt 10 ml Schwefelsäure (1 : 1) hinzu und verdampft bis zur Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen. In einem 150 ml-Becherglas laugt man die Substanz mit 60—80 ml Schwefel- oder Salzsäure (1 : 5) in Gegenwart von Wasserstoffperoxyd aus. Das Peroxyd hält Titan, Tantal und Niob in Lösung. Das erhaltene Gemisch läßt man sieden, bis die Lösung klar geworden ist,

[1] Zavodskaja Laborat. **23**, 14—18 (1957) [Russisch].

setzt etwas Filterschleim hinzu und filtriert durch ein hartes Filter vom nicht zersetzten Rückstand ab. Diesen wäscht man 3—4 mal mit Salzsäure 1 : 99, der etwas Wasserstoffperoxyd zugesetzt ist. Dann bringt man ihn samt Filter in eine Platinschale, trocknet, verascht und setzt 1—2 g Kaliumhydrogenfluorid hinzu und erwärmt, bis das Gemisch geschmolzen und dann wieder erstarrt ist, wonach in einem Muffelofen bis zur Durchsichtigkeit geschmolzen wird. Nach dem Abkühlen gibt man zu der Schmelze 15 ml Schwefelsäure (1 : 1), erhitzt anfangs zur Entfernung des Wassers vorsichtig, dann stärker, bis die Schwefelsäure vollständig entfernt ist. Danach schmelzt man mit dem gebildeten Kaliumpyrosulfat erneut im Muffelofen. Die erhaltene Schmelze löst man nach dem Erkalten in 30—40 ml Salpetersäure (1 : 4) unter Erwärmen, versetzt die klare Lösung mit 6—8 mg Aluminium als Sammler und 2 g Ammoniumnitrat und fällt das Zirkonium mit Ammoniak. Man filtriert und wäscht 2—3 mal mit einer 2%igen Ammoniumnitratlösung, die einige Tropfen Ammoniak enthält. Den gewaschenen Niederschlag löst man mit Salpetersäure (1 : 2) heiß in ein Becherglas; das Volumen der Lösung soll 10—20 ml betragen. Zu der abgekühlten Lösung setzt man ein gleiches Volumen Kaliumjodatlösung (100 g KJO_3 + 333 ml konz. Salpetersäure im Liter). Den amorphen Niederschlag filtriert man nach 45—60 min über eine Glasfritte ab; läßt man den Niederschlag längere Zeit stehen (über Nacht), so geht er in die kristalline Form über, die ebenfalls über eine Glasfritte abgesaugt wird. Man wäscht in 3—4 Portionen mit insgesamt 15—20 ml einer Waschflüssigkeit, die aus 8 g KJO_3 und 50 ml konzentrierter Salpetersäure in 1 l Wasser besteht. Dann wird in kleineren Portionen mit 10—15 ml 95%igem Alkohol gewaschen. Den gewaschenen Niederschlag spritzt man in einen Erlenmeyer-Kolben, löst den auf dem Boden der Fritte verbleibenden Rest mit einem Gemisch aus 20 ml Salzsäure (1 : 4) und 10 ml einer 10%igen Kaliumjodidlösung und titriert mit Thiosulfatlösung. Während der Titration löst sich das Zirkoniumjodat, was man durch Zerstückeln des Niederschlages mit einem Glasstab unterstützen kann. 1 ml 0,1 n Thiosulfatlösung entspricht 0,34 mg Zirkonium beim amorphen Niederschlag und 0,21 mg beim kristallinen. W. Böhm

Zur Kaliumbestimmung in Schießpulver empfehlen J. Havíř und J. Vřešťál[1] das Tetraphenyloboratverfahren, das gegenüber dem üblichen Perchloratverfahren den Vorteil hat, daß die in den Pulvern vorkommenden Anionen und Kationen nicht stören und daher nicht entfernt werden müssen. Die Tetraphenyloboratmethode ist also rascher durchzuführen; die Resultate stimmen mit denen der Perchloratmethode überein. — *Ausführung. Bestimmung in Nitroglycerinpulvern.* Man bedeckt 10 g Probe in einer Platinschale mit reinem Nitrobenzol, mischt mit einem kurzen Glasstab bis zur Gelatinierung, fügt noch etwas Nitrobenzol zu, rührt wieder gründlich um und wischt den Glasstab in ein aschefreies Filter ab, mit dem man die gelatinierte Masse bedeckt. Darauf kommt noch ein Filter, um das Nitrobenzol aufzusaugen. Entzündet man nun die Filter, so brennt der Schaleninhalt ruhig ab. Etwaige Kohlereste werden durch schwaches Glühen entfernt. Man löst dann den Rückstand in 10—20 ml Wasser, filtriert, wäscht gründlich mit heißem Wasser und säuert das Filtrat mit 2—3 Tropfen Essigsäure (1:1) an. Die noch warme Lösung wird mit einem Überschuß an Tetraphenylbornatriumlösung gefällt. Nach dem Erkalten filtriert man den Kaliumniederschlag in einen Filtertiegel, wäscht dreimal mit einer gesättigten Lösung von Kaliumtetraphenyloborat und trocknet bis zur Gewichtskonstanz. — *Bestimmung in Perchloratpulver.* Man übergießt die Einwaage der Probe in einer Platinschale mit verdünnter Schwefelsäure, verdampft bis zum Auftreten von Schwefelsäurenebeln, glüht den

[1] Chem. Zvesti **11**, 35—39 (1957) [Tschechisch]. (Mit dtsch. Zus.fass.) Techn. Militärakademie Brünn (ČSR).

Rückstand schwach, löst in Wasser und filtriert. In einem aliquoten Teil des Filtrates erfolgt die Kaliumfällung als Tetraphenyloborat wie angegeben.

A. KURTENACKER

Zur Analyse von Gemischen aus Kaliumperchlorat-Aluminium-Bariumnitrat, die in der Pyrotechnik gebräuchlich sind, verwenden V. D. HOGAN, S. GORDON und C. CAMPBELL[1] eine *thermogravimetrische* Methode, die eine Weiterentwicklung der von S. GORDON und C. CAMPBELL[2] beschriebenen ist. Die Verff. haben beobachtet, daß sich Gemische aus Bariumnitrat und Kaliumperchlorat schon um 500° C zersetzen, während das reine Bariumnitrat sich erst bei 650° C und das reine Kaliumperchlorat sich erst bei 610° C zersetzt. Durch Anwendung der *differentiellen, thermischen Analyse* und einem Erhitzungsgrad von 15° C je Minute bei 4 g Probe werden ΔT/T-Diagramme erhalten, deren Kurvenform in charakteristischer Weise von der Zusammensetzung der Präparate abhängt und die eine Steigerung der Analysengenauigkeit gegenüber der normalen thermogravimetrischen Analyse ermöglicht. Die Genauigkeit der Methode beträgt $\pm$ 5%. Nach der thermischen Zersetzung der Probe, die in einem Filtertiegel vorgenommen wird, wäscht man mit Wasser aus und wägt das Aluminium zurück. Den Bariumgehalt bestimmt man im Filtrat nach üblichen Methoden.

K. BRODERSEN

Analyse von Nitroguanidinsprengstoffen. J. O. WATTS und H. STALCUP[3] empfehlen zur Extraktion von Nitroglycerin und Stabilisator (Centralit) aus Nitroguanidintreibmitteln (Cordit N-Pulver) ein *azeotropes Gemisch von Pentan und Methylenchlorid* als Extraktionsmittel. Bei der Extraktion mit Methylenchlorid, das bei anderen Sprengpulvern mit gutem Erfolg verwendet wird, tritt bei nitroguanidinhaltigen Treibstoffen ein Verlust an Nitroguanidin infolge Löslichkeit, besonders bei Gegenwart von Feuchtigkeit, auf. Bei Anwendung eines azeotropen Gemisches von Pentan/Methylenchlorid (2 Vol.: 1 Vol.) wird dieser Verlust auf einen unbedeutenden Betrag reduziert, der bei Gegenwart einer überschüssigen Wassermenge (2,5 g/50 ml) besonders klein ist. Die extrahierbaren Bestandteile werden mit der gleichen Geschwindigkeit und Wirksamkeit extrahiert wie durch Methylenchlorid allein. — *Arbeitsweise.* 1 g einer gut mit Borsilicatglaswolle verpackten Probe wird bei 105° C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und im Soxhlet-Apparat durch 50 ml eines Gemisches von Pentan und Methylenchlorid (2 Vol.: 1 Vol, + 2,5 g Wasser/50 ml Lösungsgemisch) 4 Std auf dem Dampfbad extrahiert. Nach Abtropfen des Lösungsmittels wird 1 Std bei 105° C getrocknet und 1 Std im Exsiccator abgekühlt.

HILDEGARD PLUSKAL

Als einfache und genaue Schnellmethode zur Bestimmung des Nitratstickstoffgehaltes in Nitraten, Nitrocellulosen und in Sprengstoffen (Nitroglycerin, Pentaerythrit) geben S. SANDI und G. FLANQUART[4] die folgende *Deadstop-Titration* an. Die Probe von etwa 0,2 g ($\pm$ 0,3—0,4 mg) wird mit 50 ml konz. Schwefelsäure übergossen und abgekühlt. Sobald unter Rühren vollständige Lösung erreicht ist (alles unter Kühlung mit Wasser), wird ein Platinelektrodenpaar eingesetzt, mit dem in der Anordnung nach TOUZART und MATIGNON der Titrationsendpunkt an einem magischen Auge abgelesen werden kann. Titriert wird mit Eisen(II)-sulfat

[1] Analyt. Chemistry **29**, 306—310 (1957). Pyrotechn. Chem. Res. Lab., Picatinny, Dover, N. Y. (USA).

[2] 5. Symp. Verbrenn.-Meth. **1955**, 277.

[3] Analyt. Chemistry **29**, 253—254 (1957). U. S. Naval Powder Factory, Indian Head, Md. (USA).

[4] Chim. analytique **39**, 20—24 (1957). Usines Explos. Prod chim. Billy-Berclau. (Frankreich).

(140 g $FeSO_4 \cdot 7\,H_2O$ in 400 ml, mit 50%iger Schwefelsäure auf 1 Liter aufgefüllt), das tropfenweise zunächst langsam (0,3—0,4 ml), dann mit steigender Tropfenzahl zugegeben wird bis etwa 0,2 ml vor dem Äquivalenzpunkt entsprechend der Reaktion: $NO_3^- + 3\,Fe^{2+} + 4\,H^+ \rightarrow NO + 3Fe^{3+} + 2\,H_2O$. Der Endpunkt wird mit einer Titriergeschwindigkeit von nur einem Tropfen in 3—4 sec bestimmt. Zur Vermeidung unzuverlässiger Endpunktsanzeige mit dem Gerät ist es erforderlich, den Zufluß der Maßlösung von den Elektroden fernzuhalten. Die Rührung soll sinnvoll auf die Titriergeschwindigkeiten angepaßt werden. Nach Abspülen der Elektroden mit konz. Schwefelsäure kann unverzüglich eine weitere Probe titriert werden. Eine Alterung der Maßlösung über 19 Tage ist ohne Einfluß auf die Reproduzierbarkeit und Genauigkeit der Analyse, die auf $\pm$ 0,02 ml gelingt, wenn mit Mikrobüretten titriert wird entsprechend einem Fehler von etwa 3‰. Die Methode ist nur zur Untersuchung reiner Nitrate geeignet, da Schwermetallionen nicht enthalten sein dürfen. K. Cruse

Mit der Bestimmung von Wasser in Methan- und Äthanthiol befaßt sich G. Matsuyama[1]. Der Verf. überprüft zunächst die Titration mit Karl-Fischer-Reagens, die von J. Mitchell jr. und D. M. Smith[2] bearbeitet worden ist und bei der die letzten Autoren vorschlagen, das Thiol vor der Titration durch Isooctan in Gegenwart von Bortrifluorid abzubinden, da das Thiol ebenfalls Jod verbraucht und somit Wasser vortäuscht. G. Matsuyama findet nun, daß die Abbindung des Thiols nur zu 95% erfolgt, so daß die Methode von Mitchell u. Mitarb. mit beträchtlichen Blindwerten behaftet ist. Der Verf. schlägt eine neue Methode vor, die darin besteht, daß beim Abkühlen wasserhaltiger Thiolproben bei einer bestimmten Temperatur eine Trübung auftritt. Trägt man den Logarithmus der Wasserkonzentration gegen die reziproke Trübungstemperatur auf, so erhält man einen linearen Zusammenhang. Die Eichkurven sind von Thiol zu Thiol verschieden. Der Wassergehalt der Probe ist auf 0,02% bestimmbar. Bei einer Konzentration von etwa 0,2 Gew.-% H_2O entspricht das einem Temperaturunterschied von 3° C. — *Arbeitsweise.* Die Thiolprobe wird in eine Glasampulle gebracht, verschlossen und in einem Trockeneis-Acetongemisch abgekühlt. Man bestimmt die Temperatur, bei der Trübung auftritt, auf mindestens 3° C genau. Zur Herstellung der Eichkurven geht man von Thiolproben aus, die über Silicagel getrocknet und anschließend mit einer gewogenen Menge Wasser versetzt worden sind. G. Kainz

Die Bestimmung kleinster Mengen Wasser in Essigsäure wird von S. Bruckenstein[3] auf Grund der Reaktion zwischen Essigsäureanhydrid und Wasser *spektrophotometrisch* durchgeführt. Man gibt 6 ml der Probe in eine 2 cm-Quarzküvette, mißt die Extinktion bei 252 mμ, fügt dann mit Hilfe einer Ultramikrobürette 0,148 Millimol Essigsäureanhydrid hinzu, mißt erneut die Extinktion, verschließt die Küvette mit einem Mattglasstopfen und erhitzt das Reaktionsgemisch 90 min auf 110° C. Anschließend wird abgekühlt und abermals eine Extinktionsmessung durchgeführt. Der Unterschied der bei 252 mμ vor und nach dem Erhitzen abgelesenen Extinktionen entspricht der Menge an Essigsäureanhydrid, die mit dem Wasser der Probe in Reaktion getreten ist. Man gibt nun 0,0555 Millimol Wasser hinzu, erhitzt weitere 90 min auf 110° C und bestimmt die Menge an Essigsäureanhydrid, die mit 0,0555 Millimol Wasser reagiert hat. Der Wassergehalt der Probe wird in üblicher Weise errechnet. Der Fehler der Methode, die auch zur *Bestimmung kleinster Mengen Essigsäureanhydrid in Essigsäure* geeignet ist, liegt innerhalb 5% bei einem Wassergehalt von etwa 0,004%. K. Machner

[1] Analyt. Chemistry **29**, 196—198 (1957). Union Oil Co., Brea, Calif. (USA).

[2] Aquametry, Interscience Publ., New York, 1948.

[3] Analyt. Chemistry **28**, 1920—1921 (1956). Univ. Minneapolis, Minn. (USA).

Die potentiometrische Titration von Äthylendiamintetraacetat (ÄDTA) mit Quecksilber(II)-salz beschreibt J. Polčin[1]. Die Titration erfolgt in ammoniakalischer Lösung optimal im p_H-Bereich 8—9,5 unter Verwendung einer Quecksilber-Indicatorelektrode und einer Kalomel-Vergleichs-Elektrode. Als Maßlösung dient 0,1 m $Hg(NO_3)_2$-Lösung, doch sind Lösungen von $HgCl_2$ oder $Hg(ClO_4)_2$ ebensogut brauchbar. Kleine Mengen SO_2 (bis 0,04%) oder H_2O_2 (bis 0,1%) stören nicht. Das Verfahren kann zur indirekten komplexometrischen Bestimmung von Hg und außerdem von Kationen dienen, die unter den Versuchsbindungen stabilere ÄDTA-Komplexe bilden als Quecksilber. Dazu gehören u. a. Ca, Mg, Cd, Pb, Cu. Der Verf. empfiehlt die Methode besonders zur *Ca-Bestimmung in Sulfitablaugen*, die wegen ihrer dunklen Farbe nicht visuell mit Farbindicatoren titriert werden können. — *Ausführung.* Als Indicatorelektrode füllt man auf den Boden des Titrationsgefäßes eine 0,5 cm hohe Schicht metallisches Quecksilber und stellt die elektrische Verbindung mittels eines eingeschmolzenen Platindrahtes her. Zur neutralen Lösung des zu bestimmenden Kations gibt man eine gemessene überschüssige Menge 0,1 m ÄDTA-Lösung und 20 ml der üblichen NH_3/NH_4Cl-Pufferlösung. Nach dem Verdünnen auf 50 ml soll sich ein Potential von 160—200 mV gegen die gesätt. Kalomelelektrode einstellen. Niedrigeres Potential zeigt an, daß der p_H-Wert der Lösung zu niedrig ist. Man korrigiert durch Zugabe weiterer Pufferlösung, bei höherem Potential stumpft man die überschüssige Alkalität mit Essigsäure ab. Der ÄDTA-Überschuß wird dann mit 0,1 m $Hg(NO_3)_2$-Lösung titriert. Der Potentialsprung im Äquivalenzpunkt beträgt 80—100 mV. Störungen durch anwesendes Eisen können durch Zugabe von 4—5 g Weinsäure oder Ammoniumtartrat auf 10 mg Fe beseitigt werden. A. Kurtenacker

In technischem Benzylchlorid kommen als hauptsächliche Verunreinigungen *o-Chlortoluol, m-Chlortoluol, p-Chlortoluol und Benzalchlorid* vor, die sich nach einer Mitteilung von S. K. Freeman[2] über weite Konzentrationsbereiche mit guter Genauigkeit IR-spektrometrisch bestimmen lassen. Verf. benutzt dazu folgende Schlüsselbanden: 9,18 μ (1089 cm^{-1}) für p-Chlortoluol, 9,49 μ (1054 cm^{-1}) für o-Chlortoluol, 11,70 μ (855 cm^{-1}) für m-Chlortoluol und 11,98 μ (835 cm^{-1}) für Benzalchlorid. Auch *Benzotrichlorid* kann bestimmt werden (11,52 μ; 867 cm^{-1}). Im Gebiet bei 9,2 μ und bei 9,5 μ liegen auch die charakteristischen Absorptionsbanden von *o-* und *p-Chlorbenzylchlorid* und von o- und *p-Chlorbenzylalkohol*, die somit nicht auf spektrographischem Wege von o- und p-Chlortoluol unterschieden werden können. Diese treten aber bei der Fraktionierung von Benzylchlorid in den Spitzenfraktionen, jene in den Schwanzfraktionen auf. Die Spektren aller bisher genannten Substanzen, ausgenommen o- und p-Benzylalkohol, sind für den Bereich von 2—15 μ im Original abgebildet. Die Eichkurven für die Bestimmung von o- und p-Chlortoluol und Benzalchlorid verlaufen linear bis zu Gehalten von 8%. Zur Bestimmung dieser Substanzen benutzt man 0,05 mm-NaCl-Küvetten, sofern der Gesamtgehalt 2—10% beträgt. Bei Gehalten von insgesamt 1—2% an den genannten Verunreinigungen ist eine Schichtdicke von 0,10 mm zu wählen. Zur Bestimmung noch kleinerer Gehalte mißt man mit 0,5 mm-Küvetten gegen reines Lösungsmittel im Vergleichsstrahl. Das Benzylchlorid wird durch alkalische Hydrolyse und Titration des überschüssigen Alkalis bestimmt. Der Titrationswert wird für das gleichfalls hydrolysierte Benzalchlorid korrigiert. Das Verfahren wurde bei der Analyse zahlreicher Proben von technischem Benzylchlorid geprüft. — In analoger Weise lassen sich *o-Chlorbenzylchlorid* (9,52 μ; 1051 cm^{-1}), *p-Chlorbenzyl-*

[1] Chem. Listy **51**, 168—170 (1957) [Tschechisch]. Forsch.-Inst. f. d. Cellulose-Ind., Bratislava (ČSR).

[2] Analyt. Chemistry **29**, 63—68 (1957). Benzol Products Co., Newark, N. J. (USA).

chlorid (9,20 μ; 1088 cm^{-1}) und Benzotrichlorid in Benzalchlorid bestimmen. — Verf. benutzte ein registrierendes Doppelstrahlspektrometer Perkin-Elmer Mod. 21.

H. Specker

Eine colorimetrische Methode zur Bestimmung von α-Naphthol in β-Naphthol und von Bestandteilen des technischen Metaparakresols haben L. Nicolas und R. Burel[1] ausgearbeitet. Mit salpetriger Säure oder Salpetersäure und 1,2-Nitrosonaphthol entstehen rote Lösungen, deren Farbintensität von der Konzentration der zu bestimmenden Verbindungen abhängig ist. — *Ausführung. β-Naphthol in α-Naphthol.* 1 g der Probe löst man in 100 ml 99—99,5%igem Methanol, pipettiert 20 ml davon in einen 100 ml-Meßkolben, gibt 60 ml Wasser von 10° C, 1,4 ml 1 n $NaNO_2$-Lösung und 15 ml 15%ige Salzsäure dazu und verdünnt mit Wasser (10° C) zur Marke. Die Lösung kühlt man in einem Erlenmeyer-Kolben auf 8—10° C ab, filtriert, setzt zu 50 ml des Filtrats 10 ml Methanol und 2 ml $NaNO_2$-Lösung und verdünnt im Meßkolben auf 100 ml. Nach 10 min colorimetriert man mit Grünfilter. — *p-Kresol im Metaparakresol.* Man stellt zunächst 4 Lösungen her. A) 1 g p-Kresol löst man im Meßkolben in 100 ml Eisessig und füllt 10 ml dieser Lösung im Meßkolben wieder auf 100 ml auf. B) Ebenso löst und verdünnt man 1 g m-Kresol. C) 1 g α-Nitroso-β-naphthol löst man in 100 ml Eisessig. D) 1 g der Probe löst und verdünnt man wie unter A. In vier 100 ml-Meßkolben gibt man folgende Lösungen: 1) 6 ml A + 14 ml B. 2) 7 ml A + 13 ml B. 3) 8 ml A + 12 ml B. 4) 20 ml der Probelösung. Jede dieser Lösungen versetzt man mit 4 ml C, 50 ml Wasser, 5 ml Salzsäure (D 1,19) und 2 ml Natriumnitritlösung. Nach 2—3 Std filtriert man, schüttelt zweimal mit 50 ml Benzol aus, filtriert die rote Lösung und mißt die Farbintensität der Probe gegen die 3 Vergleichslösungen. — *m-Kresol im Metaparakresol.* Auch hierbei stellt man wieder Vergleichslösungen her. A) 1 g p-Kresol, B) 1 g m-Kresol, C) 1 g o-Kresol, D) 1 g Phenol und E) 1 g der Probe, jeweils in 100 ml Eisessig gelöst. In vier 125 ml-Meßkolben gibt man 1) 3 ml A + 5 ml B + 1 ml C + 0,1 ml D. 2) 3 ml A + 5,5 ml B + 1 ml C + 0,1 ml D) 3) 3 ml A + 5,9 ml B + 1 ml C + 0,1 ml D. Alle drei Lösungen werden mit Eisessig zu 10 ml ergänzt. In den vierten Kolben pipettiert man 10 ml der Probelösung. Dann versetzt man jede Lösung mit 25 ml Wasser, läßt $^1/_4$ Std in Eiswasser stehen und fügt 5 ml Salpetersäure (D 1,38) und nach 1 Std 20 ml Salzsäure (D 1,19) hinzu. Die Lösungen extrahiert man zweimal mit je 50 ml Benzol, filtriert und mißt die farbige Lösung im Photocolorimeter. *-o-Kresol, Phenol.* In einem 50 ml-Erlenmeyer-Kolben mit Schliff versetzt man 0,5 g der vorher destillierten Probe mit 15 ml einer Lösung von 50 g $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ in 1 Liter genau 80%iger Schwefelsäure, stellt den verschlossenen Kolben 1 Std in ein 50° C warmes Wasserbad, rührt dabei, um die Substanz zu lösen und bringt dann den Kolben 5 min in ein siedendes Wasserbad. Nach dem Abkühlen colorimetriert man mit Grün- und Blaufilter. Die Werte erhält man aus einer Eichkurve. — Sind Xylenole vorhanden, so wird vorher fraktioniert destilliert, da sie die Bestimmungen stören.

G. Denk

Zur colorimetrischen Bestimmung von 1-Naphthol in Aluminiumseifen (*Napalm*) verwenden S. Sass, J. J. Kaufman und J. Kiernan[2] Natriumkupfer(II)-bromid als Reagens, das mit 1-Naphthol unter Bildung einer blauen Farbverbindung mit dem Absorptionsmaximum bei 510 mμ reagiert. Die Bestimmung kann ohne Schwierigkeiten bei Gegenwart von 2-Naphthol und anderer Phenole durchgeführt werden. — *Arbeitsweise.* 0,5 g der Probe wird mit 25 ml eines Gemisches aus

[1] Chim. analytique **38**, 316—321 (1956). Comp. Franç. Matiéres color., Usine d'Oissel (Frankreich).

[2] Analyt. Chemistry **29**, 143—144 (1957). Chem. Welfare Labs., Army Chemical Center, Md. (USA).

Isooctan, Toluol und absolutem Äthanol (5 : 5 : 3) kräftig geschüttelt, bis eine gleichmäßige Suspension oder klare Lösung erhalten wird. Man fügt 1 ml Reagenslösung hinzu (4 g NaBr und 0,10 g $CuCl_2$ werden in 10 ml dest. Wasser gelöst), schüttelt, filtriert (Whatman Nr. 4), füllt 5 ml des Filtrats im 10 ml-Meßkolben mit Wasser zur Marke auf und mißt die Extinktion der erhaltenen Farbsalzlösung innerhalb von 5 min nach Zugabe der Reagenslösung bei 510 mμ. Der Blindwert wird in der beschriebenen Weise mit 0,5 g 1-naphtholfreiem Napalm bestimmt. Eine Eichkurve wird aufgestellt. Im Bereich von 250—1250 μg 1-Naphthol folgt die Kurve dem Beerschen Gesetz. Die Empfindlichkeit der Methode ist mit 1 μg 1-Naphthol/ml Lösung angegeben. Beleganalysen zeigen gute Übereinstimmung mit den erwarteten Werten. K. Machner

Oberflächenaktive Alkylarylsulfonate weist man nach M. J. Rosen und G. C. Goldfinger[1] dadurch nach, daß man sie durch Alkalischmelze zu Phenolen umsetzt und diese mit diazotiertem Dianisidin zu purpurfarbenen, roten oder orange Azofarbstoffen kuppelt. — *Ausführung.* Man löst zunächst 20 mg Dianisidin in 10 ml Salzsäure (1 : 4), kühlt auf 0—5° C und fügt unter gutem Rühren 100 mg Natriumnitrit hinzu. 10 min nachdem die anfangs entstandene Rotfärbung in Gelb übergegangen ist, versetzt man zur Zerstörung des Salpetrigsäureüberschusses mit etwa 100 mg Harnstoff. Nebenher schmelzt man in einem Nickeltiegel 2—2,5 g Kaliumhydroxyd, gibt 200 mg von der getrockneten und feingepulverten oberflächenaktiven Substanz dazu und erhitzt unter gutem Durchrühren 3—4 min mit einer Flamme, die den Tiegelboden nicht ganz berührt (Temperatur der Schmelze ungefähr 300° C). Nach dem Abkühlen löst man in 5 ml Wasser, zentrifugiert oder filtriert Ungelöstes ab, extrahiert störende Nebenprodukte aus der Lösung mit Benzol, säuert die wäßrige Lösung gegen Kongorot mit Salzsäure an, schüttelt die freigesetzten Phenole mit 2×5 ml Petroläther aus, verdampft diesen, nimmt den Rückstand in 10%iger Natronlauge auf (Reaktion der Lösung muß gegen Lackmus stark alkalisch sein), fügt 1 ml von der zuvor bereiteten Diazoniumsalzlösung hinzu und achtet auf die dabei entstehende Färbung. F. Neumann

Die Bestimmung der aktiven Komponente in Reinigungsmitteln erfolgt üblicherweise durch Abtrennung mit Alkohol und Wägen des gelösten Anteils. L. U. Ross und E. W. Blank[2] machen nun darauf aufmerksam, daß bei dieser Art der Bestimmung bedeutende Fehler entstehen können, wenn die untersuchte Probe Na_2CO_3, $NaHCO_3$ oder $Na_2B_4O_7$ enthält, da diese Stoffe in Alkohol nicht unlöslich sind. (Die durch die Löslichkeit von NaCl bedingten Fehler werden bei dem gebräuchlichen Verfahren durch Anbringen eines Korrekturfaktors kompensiert.) Verf. schlägt vor, die gelösten Salze durch Behandeln mit Aceton-Äther abzuscheiden und dadurch unschädlich zu machen. — *Ausführung.* Man erwärmt das in bekannter Weise gewonnene alkohollösliche Material mit 75 ml einer Mischung gleicher Volumina Aceton und Äthyläther auf dem Dampfbad, filtriert durch ein Papierfilter und wäscht mit kleinen Mengen des warmen Aceton-Äthergemisches; Filtrat und Waschlösungen werden zur Trockne verdampft, der Rückstand wird bei 80 $\pm$ 2° C zu konstantem Gewicht getrocknet. H. Kurtenacker

Zum Nachweis von oberflächenaktiven quaternären Ammoniumverbindungen in Kaltwellpräparaten (Thioglykolaten) eignet sich nach G. T. Walker und F. Hirsch[3] die Methode von M. E. Auerbach[4]. Diese beruht darauf, daß die Basen

[1] Analyt. Chemistry **28**, 1979—1981 (1956). Brooklyn College, N. Y. (USA).

[2] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **34**, 70 (1957). Colgate-Palmolive Comp., Jersey City, New Jersey (USA).

[3] Seifen-Öle-Fette-Wachse **82**, 783—784 (1956).

[4] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **16**, 739 (1944).

mit Bromphenolblau einen blaugefärbten Komplex geben, der sich in unpolare organische Lösungsmittel ausschütteln läßt. Nach WALKER und HIRSCH[1] geben nur kationaktive Verbindungen diese Reaktion, während bei anionaktiven Substanzen die Blaufärbung im wäßrigen Anteil bleibt. Für diese Verbindungen eignet sich das Verfahren also nicht. — *Arbeitsweise. Bromphenolblaureagens.* 0,1 g Bromphenolblau werden in 3 ml 0,05 n Natronlauge und 5 ml 90%igem Äthanol gelöst; die Lösung wird mit 20%igem Äthanol auf 250 ml aufgefüllt. — *Nachweis.* Man versetzt 5 ml der zu prüfenden Ammoniumthioglykolatlösung mit 1 ml der Bromphenolblaulösung und schüttelt mit 3 ml Chloroform oder 3 ml Äthylacetat aus. An der Blaufärbung der organischen Phase oder Zusätze von 0,33% (Gew./Vol.) Cetyltrimethyl-ammoniumbromid, Laurylpyridiniumchlorid, Stearyl-dimethylbenzyl-ammoniumchlorid kann man schon Cetylpyridiniumchlorid erkennen.

H. KURTENACKER

Harzsäuren. Å. LINDER und V. PERSSON[2] verbesserten ihre Methode[3] zur Bestimmung von *Harzsäuren in Gemischen mit Fettsäuren* auf Grund der verschiedenen Veresterungsgeschwindigkeiten beider Verbindungsgruppen. Verestert wird mit n-Butanol und konzentrierter Schwefelsäure in Gegenwart von Benzol (die gebildete Benzolsulfonsäure verhindert die Veresterung der Harzsäuren). Das gebildete Wasser wird azeotrop abdestilliert. — *Ausführung.* Zur *Herstellung der Veresterungslösung* wird ein Gemisch aus 500 ml n-Butanol, 500 ml Benzol und 6 g konzentrierter Schwefelsäure mit Rückflußkühlung und Falle zur Entfernung des gebildeten Wassers 30 min erhitzt. — Zur *Bestimmung der Harzsäuren* werden 1—2 g der Probe bei einem Gehalt von $> 50\%$ Harzsäuren und 5—8 g bei $< 5\%$ Harzsäuren eingewogen und mit 50 ml der Veresterungslösung 20 min mit Wasserfalle unter Rückfluß erhitzt. Die unveresterten Harzsäuren werden mit alkoh. Kalilauge gegen Phenolphthalein titriert. Bei stark gefärbten Proben erfolgt die Titration potentiometrisch. Als Blindwert wird die Veresterungslösung ohne Probe erhitzt und titriert. Berechnung des Gehaltes an Harzsäuren: $\frac{(A—B) \times N \times 302{,}4 \times 1{,}018}{i \times 10} - 0{,}3 = \%$ Harzsäuren, worin A = ml alkoh. Kalilauge für die Probe; B = ml alkoh. Kalilauge für die Blindprobe; N = Normalität der Kalilauge; i = Menge der Probe in g; 302,4 = angenommenes Mol.-Gew. der Harzsäuren; 1,018 = experimentell bestimmter Faktor zur Korrektur der geringen Veresterung der Harzsäuren; 0,3 = experimentell bestimmter Faktor zur Korrektur der unveresterten Fettsäuren sind. — Enthalten die Proben Alkali oder Mineralsäuren, so erfolgt die Bestimmung der unveresterten Säuren potentiometrisch oder durch Titration gegen Thymolblau, da hierbei beide Äquivalenzpunkte ermittelt werden müssen, denn der erste Umschlagspunkt stimmt nicht mit dem Äquivalenzpunkt des reinen Katalysators überein. Die Bestimmung der Harzsäuren erfolgt dann nach: $\frac{(A - B' - S) \times N \times 302{,}4 \times 1{,}018}{i \times 10} - 0{,}3 = \%$ Harzsäure, worin B' = erster Äquivalenzpunkt der Probe; S = Differenz der Alkalimengen zwischen B' und dem Äquivalenzpunkt der Blindprobe sind.

EVA NEUHAUS

Über die Anwendung der Flammenspektrophotometrie zur Analyse im pflanzlichen Bereich berichten M. PINTA und C. BOVE[4]. Sie untersuchen zunächst wieder

[1] Vgl. Fußnote 3, S. 458.

[2] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **34**, 24—27 (1957). Mo och Domsjö AB, Örnsköldsvik (Schweden).

[3] LINDER, Å., und V. PERSSON: Svensk Papperstidn. **52**, 331 (1949).

[4] Mikrochim. Acta (Wien) **1956**, 1788—1817. Office de la Recherche Scientifique et Technique Outre-Mer, Bondy (Frankreich).

einmal die bekannten Wechselwirkungen zwischen den Kationen von Na, K, Ca, Mg. Die Störungen werden dadurch umgangen, daß die Verff. den Lösungen, in denen Na, Ca und Mg bestimmt werden sollen, etwa 800 μg K/ml zusetzen. Bei den anderen Wechselwirkungsmöglichkeiten wird ähnlich verfahren. Da jedoch auch die Elemente Mn, Fe und Al die Bestimmung der genannten Kationen stören, bleibt letzten Endes nichts anderes übrig, als den Vergleichslösungen eine ähnliche Zusammensetzung zu geben wie den Pflanzenextrakten. Weiterhin wird eingehend die Störung der Ca-Bestimmung durch Phosphor behandelt, die entweder in entsprechender Weise korrigiert oder durch Entfernen des Phosphats mit Ionenaustauscher umgangen wird. Einige Analysenresultate werden mitgeteilt, wobei die flammenphotometrischen Ergebnisse bis auf 5—10% mit den entsprechenden chemischen Analysen übereinstimmen. J. VAN CALKER

4. Analyse von biologischem Material

Eine fluorimetrische Methode zur Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin im Harn teilt E. PITKÄNEN[1] in einer größeren Untersuchung über die beiden Amine im Harn mit. Es handelt sich um eine Modifikation der Methode von A. PEKKARINEN und E. PITKÄNEN[2], die auf der unterschiedlichen Oxydation der beiden Amine durch Mangandioxyd beruht, wobei fluorescierende Verbindungen entstehen. — *Ausführung.* Die Harnprobe wird so verdünnt, daß sie einer Tagesmenge von 1500 ml entspricht. 12,5 ml dieser Verdünnung gibt man in einen Scheidetrichter, der im Unterteil eine feste Glaswolleschicht trägt, gibt etwa 20 mg Ascorbinsäure, 0,5 ml 50%ige Natriumcitratlösung und 1,5 g Aluminiumoxyd (zur Chromatographie) zu und füllt mit Wasser auf 50 ml auf. Mit 2n Natronlauge bringt man auf p_H 8,5, schüttelt 5 min kräftig, läßt 4 min zum Absetzen stehen und dekantiert den Überstand. Man wäscht unter sorgfältigem Schütteln mit 50 ml Wasser, läßt 3 min stehen, dekantiert und entfernt den Rest Wasser durch Absaugen. Die beiden Amine werden mit 5 ml 1n Schwefelsäure eluiert. 1 ml Eluat wird im Reagensglas mit 1 ml dest. Butanol geschüttelt, und nach Trennung saugt man die Butanolschicht mit einer dünnen Pipette ab. Die Wasserphase wird durch Zugabe von 14,2 ml 2n Natriumacetatlösung auf p_H 6,3 gebracht. Von dieser Lösung bringt man je 5 ml in 3 Zentrifugengläser. In das erste Glas kommen 1,5 ml Wasser, in das zweite 0,5 ml Wasser und 1 ml einer 25 μg/100 ml Adrenalinlösung und in das dritte 0,5 ml Wasser und 1 ml einer 25 μg/100 ml Noradrenalinlösung. In jedes der Gläser gibt man 5 mg frisch gewaschenes Mangandioxyd, schüttelt 3,5 min und zentrifugiert. Aus jedem der 3 Zentrifugengläser entnimmt man 3 Proben zu je 2 ml. Die erste der 3 Proben aus jedem Glas versetzt man mit 0,4 ml 5n Natronlauge, die 100 mg Ascorbinsäure/100 ml enthält, die zweite mit 0,36 ml 5n Natronlauge und nach 45 sec mit 0,04 ml 1%iger Ascorbinsäurelösung und die dritte mit 0,36 ml 5n Natronlauge und 4 min später mit 0,04 ml 1%iger Ascorbinsäurelösung. Anschließend erfolgt die fluorimetrische Auswertung. Zugesetztes Noradrenalin wird zu 69,5% und Adrenalin zu 76,1% wiedergefunden. Die gebundenen Amine lassen sich nach 20 min langer Harnhydrolyse bei p_H 1 im kochenden Wasserbad bestimmen. Bei 16 Gesunden beträgt die 24 Std-Ausscheidung beider Amine zusammen 54 μg, davon sind 33% Adrenalin. Nach Hydrolyse ist die Gesamtmenge 82 μg. E. MÜLLER, Würzburg

[1] Acta physiol. scand. **38**, Suppl. 129, 1—98 (1956) u. Diss. 1956. Univ. Helsinki.
[2] Scand. J. Clin. Lab. Invest. **7**, 1, 8 (1955).

Die papierchromatographische Trennung der Inosit-Phosphorsäureester führen A. Desjobert und F. Petek[1] nach folgendem Verfahren durch: Als Testlösungen dienen 0,05 m Lösungen von Orthophosphorsäure und reinen Inosit-mono, -di, -tri, -tetra, -penta-, und hexa-phosphorsäureester (IP_1—IP_6). Auf die Startlinie eines Whatman Nr. 1-Papierstreifens der Dimension 18×40 cm bringt man je einen Tropfen (etwa 0,007 ml, entsprechend etwa 5,1 μg Phosphor) der Testlösungen sowie der zu untersuchenden Lösung und läßt trocknen. Dann entwickelt man innerhalb von 24 Std nach bekannter Technik absteigend mit der mobilen Phase n-Propanol-Ammoniak-Wasser (5:4:1). Hierauf besprüht man das an der Luft getrocknete Chromatogramm mit einer Mischung aus 0,2 ml Eisen(III)-chloridlösung von 45° Bé (D 1,26), 20 ml Wasser und 100 ml absolut. Alkohol und läßt wieder an der Luft trocknen. Nach weiterem Besprühen des Papieres mit einer Lösung von 1 g Sulfosalicylsäure in 20 ml Wasser und 100 ml absolutem Alkohol erscheinen nach dem Trocknen die Substanzflecke weiß auf violettem Grunde. Bei Durchführung der beschriebenen Technik zeigen die Substanzen die folgenden R_f-Werte: IP_6 0,09; IP_5 0,10; IP_4 0,17; IP_3 0,22; IP_2 0,27; IP_1 0,38; H_3PO_4 0,34 (Photo im Original).

K. Söllner

Steroide. L. M. Reineke[2] behandelt die *Anwendung der Papierchromatographie bei der Bestimmung von Steroiden* in einem ausführlichen Übersichtsreferat. Es werden die Vor- und Nachteile von 7 Entwicklungssystemen vom Typ des Zaffaroni-Systems[3] und 4 vom Typ der Bush-Systeme[4], sowie die Brauchbarkeit von 9 Sprühreagentien kritisch betrachtet. In einer Tabelle sind die R_f- bzw. R_S-Werte von 121 verschiedenen Steroiden in den genannten Entwicklungssystemen zusammengestellt. (31 Literaturzitate.)

J. E. Page[5] berichtet zusammenfassend über *die Anwendung der Infrarotspektroskopie auf die Identifizierung von Steroiden.* Ausgehend von einer kurzen Einführung in die Stereochemie der Steroide wird der Einfluß sowohl der sterischen Konfiguration als auch der einzelnen Substituenten am Cyclopentanoperhydrophenanthren auf das IR-Spektrum besprochen. Das Referat, das 46 Literaturzitate enthält, behandelt die Steroidhormone, die D-Vitamine und einige steroidische Sapogenine. Es werden nur die Lage und die Intensität der jeweils charakteristischen Banden besprochen. Bezüglich der Gesamtspektren der einzelnen Verbindungen wird auf die Originalarbeiten sowie auf den Steroid-Atlas von Dobriner, Katzenellenbogen und Jones[6] verwiesen.

Eine spektrophotometrische Bestimmung von Δ^4-3-Ketosteroiden ist nach deren Reaktion mit Kalium-tert.-Butylat in tert. Butanol möglich, wie D. Abelson und Ph. K. Bondy[7] berichten. Es tritt ein starkes Absorptionsmaximum bei 385 mμ auf, das für Verbindungen mit der Δ^4-3-Ketogruppierung spezifisch ist. — *Reagens.* Ungefähr 1 g metallisches Kalium wird etwa 2 min in tert. Butanol erhitzt und darauf 2mal mit etwas tert. Butanol gewaschen. Dann kocht man es unter Rückfluß mit 40 ml tert. Butanol bis völlige Lösung eingetreten ist. Das so erhaltene Reagens

[1] Bull. Soc. Chim. biol. **38**, 871—883 (1956). Faculté Pharm. et Centre national Rech. scientif., Paris.

[2] Analyt. Chemistry **28**, 1853—1858 (1956). The Upjohn Co., Kalamazoo, Mich.

[3] A. Zaffaroni, R. B. Burton u. E. H. Keutman: Science **111**, 6 (1950).

[4] I. E. Bush: Biochemic. J. **50**, 370 (1952).

[5] Chem. and Ind. **1957**, 58—63; Glaxo Labs. Greenford (England).

[6] Dobriner, K., E. R. Katzenellenbogen and R. N. Jones: Infrared Absorption Spectra of Steroids. Interscience Publishers, Inc. New York 1953.

[7] Analyt. Chemistry **28**, 1922—1924 (1956). Yale Univ. New Haven, Conn. (USA).

wird bis zum Gebrauch im Vakuumexsiccator aufbewahrt. — *Arbeitsweise.* Der gut getrockneten Steroidprobe setzt man das erforderliche Volumen Reagens zu (Endkonzentration 1—40 μg Steroid/ml) und läßt 2 Std bei Raumtemperatur stehen. Dann wird in einem Spektrophotometer bei 385 mμ colorimetriert bzw. zur qualitativen Spezifizierung das ganze Spektrum zwischen 240 und 440 mμ aufgenommen. — Da sich die verschiedenen Δ^4-3-Ketosteroide in der Höhe ihrer Absorption bei 385 mμ stark voneinander unterscheiden, ist die Methode für unbekannte Steroidgemische nicht brauchbar. Sie ist ferner äußerst empfindlich gegen Spuren von Wasser. Schon 0,1% hiervon stören beträchtlich.

Zur Präparierung von Papier für die quantitative Chromatographie von Corticosteroiden wäscht B. Lewis[1] die fertig geschnittenen Chromatogrammstreifen (Whatman Nr. 2) mit folgenden Lösungsmitteln, indem er mit diesen wie bei der Durchlaufchromatographie eluiert: 24 Std mit 8 g NaOH/100 ml frischem redestillierten 95%igen Äthanol, dann solange mit Wasser, bis das Eluat neutral reagiert, und schließlich 3 Std mit 95%igem Äthanol. Nach dieser Reinigung sind die Papierleerwerte bei den üblichen Corticoidbestimmungen um ein Vielfaches kleiner als bei ungereinigtem Papier. Zum Beispiel beträgt der Leerwert eines 8 cm langen Streifenabschnitts (1,5 cm breit) bei der Messung im UV (240 mμ) nur noch 5—10% der Extinktion von 10 μg Cortisol, bei der Fluorescenszmessung mit H_2SO_4 nur 10% der von 1 μg Cortisol. H. Pelzer

Über eine Methode zur quantitativen Bestimmung von Oestradiol-Oestron im Gewebe berichten F. Baum, E. Krekeler und J. Stengele[2]. Unter Anlehnung an andere Autoren[3-5] wird folgendes *Verfahren* empfohlen. 20—50 g Gewebe werden in 75 ml 70%igem Äthanol homogenisiert und dann wird der unlösliche Rückstand erschöpfend mit Äthanol extrahiert. Sowohl die vereinigten Extrakte als auch der verbliebene Rückstand werden mit Kalilauge (0,5 n Endkonzentration) hydrolysiert, die vereinigten Lösungen mit konz. Salzsäure auf p_H 6 gebracht und nach dem Filtrieren im Vakuum vom Alkohol befreit. Das mit NaCl abgesättigte Hydrolysat extrahiert man mit 50, 30 und 20 ml thiophenfreiem Benzol und wäscht die vereinigten Benzolfraktionen mit Wasser, 5% NaCl-gesättigter Sodalösung und wieder mit Wasser (Entfernung der Fettsäuren und des Oestriols). Nach dem Abdampfen des Benzols werden durch Verteilung zwischen 70%igem Methanol und Petroläther die nicht verseifbaren Fette entfernt. Den Eindampfrückstand der Methanolphase löst man in Benzol, schüttelt mit 2 n Natronlauge aus, neutralisiert die vereinigten wäßrigen Phasen mit Salzsäure auf p_H 6, extrahiert wieder mit Benzol, wäscht diese Benzollösung mit Sodalösung und Wasser und dampft schließlich das Benzol im Vakuum ab. Wünscht man *eine getrennte Bestimmung von Oestradiol und Oestron*, so trennt man nun diese beiden Oestrogene durch Umsatz mit Girard-Reagens T. Die Colorimetrie erfolgt nach dem üblichen Verfahren nach Erhitzen in Äthanol-Schwefelsäure bei 512 mμ. Durch Zusatzversuche ermitteln die Verff., daß 70 $\pm$ 7,5% der eingesetzten Oestrogenmenge (50—150 μg) wiedergefunden werden. H. Pelzer

Insulin. W. Dickinson[6] berichtet über *die Chromatographie von Insulin unter Verwendung von Calciumphosphat als Adsorbens.* Die chromatographische Säule wird

[1] Biochim. biophysica Acta (Amsterdam) **20**, 396 (1956). Univ. Kapstadt (Süd-Afr).
[2] Klin. Wschr. **1957**, 85—87. Univ.-Frauenklinik, Würzburg.
[3] Bachman, C., und J. Pettit: J. biol. Chemistry **138**, 689 (1941).
[4] Cohen, H., und J. Bates: J. clin. Endocrinol. **7**, 701 (1947).
[5] Marti, M. und H. Heusser: Helv. chim. Acta **37**, 327 (1954).
[6] Nature **178**, 994—995 (1956). Boots Pure Drug Co., Ltd., Nottingham (Engl.).

mit einem Gemisch aus 40 ml einer Aufschlämmung von Tricalciumphosphat (das Gel wird nach den Angaben von D. Keilin und E. F. Hartree[1] bereitet) und 26 g Kieselgur als Trägersubstanz beschickt. Das Insulin wird bei niedriger Ionenkonzentration adsorbiert und mit 150 ml Phosphatpufferlösung linear ansteigender Konzentration (bis 0,05 m; p_H 7,3) eluiert. Das Eluans enthält 0,5% Natriumchlorid. 3,5 ml-Fraktionen des Eluats werden spektrophotometrisch bei 276 mμ untersucht. Es sind 2 Insulinmodifikationen nachgewiesen worden, die getrennt eluiert worden sind. Je nach Lagerungsbedingungen (Zeit und Temperatur) der Insulinlösungen werden mehr oder weniger der einen oder anderen Modifikation erhalten. K. Machner

Mit Hilfe der Papierchomatographie lassen sich, wie P. Berkeš und I. Berkeš[2] berichten, auch reinste Insulinpräparate mit n-Butanol/Eisessig/Wasser (15:4:20), (p_H-Wert der oberen benutzten Phase 2,45), in 3 Fraktionen aufteilen. Diese Aufteilung tritt unterhalb p_H 2,5 und oberhalb p_H 10 auf, sie erinnert an die mit anderen Methoden ermittelte Dissoziation vom Insulin. Dafür sprechen auch biologische Auswertung der einzelnen eluierten Fraktionen, die aktive Insulinwirkung aller 3 Fraktionen ergibt, die in ihrer Stärke mit der photometrisch gemessenen Konzentration der entsprechenden Fraktionen parallel geht. Die papierchromatographische Aufteilung von Insulin wird durch Phosphationen begünstigt und durch Chloride $>0{,}1$ m und Rhodanid $>0{,}02$ m gehemmt. Diese Beobachtung bestätigt frühere Ergebnisse anderer Autoren über die Dissoziation. Unreinere Insulinpräparate zeigen noch einen 4. besonders langsam wandernden Fleck. E. Müller, Würzburg

Die Bestimmung der Ascorbinsäure und ihrer oxydierten Formen in Gehirn und Cerebrospinalflüssigkeit nach dem Verfahren von J. H. Roe, M. B. Mills, M. J. Oesterling und C. M. Damron[3] hat G. H. Sloane-Stanley[4] verbessert. Es wird, falls nicht anders angegeben, bei 0—4°C gearbeitet. 1 g gemahlenes Gehirn, mit 15 ml Wasser verdünnt, oder 16 ml Cerebrospinalflüssigkeit werden mit 4 ml 2,5%iger Lösung von $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ in 5%iger Metaphosphorsäurelösung versetzt, das Ganze wird zentrifugiert. Ein Drittel des Extraktes (Fraktion I) wird mit 0,25 Vol einer 0,5%igen Lösung von Thioharnstoff in 1%iger Metaphosphorsäure zur Stabilisierung der Ascorbinsäure gemischt. Zur Reduktion von Ascorbon wird Fraktion II (6,5 ml) mit 0,105 ml gesätt. Kaliumcitratlösung versetzt, in die Mischung leitet man 2½ min lang Schwefelwasserstoff ein. Das Gefäß wird verschlossen und 2¼ min lang in ein Wasserbad von 37°C eingestellt, dann in Eiswasser abgekühlt und nach Zugabe von 3 Tr. konz. Salzsäure zentrifugiert. Die überstehende Flüssigkeit wird mit 0,25 Vol der Thioharnstofflösung versetzt. Zu Fraktion III (Rest des Extraktes) gibt man Brom bis zur Gelbfärbung zur Oxydation der Ascorbinsäure, verdrängt durch Einleiten von Stickstoff das überschüssige Brom und setzt 0,25 Vol der Thioharnstofflösung zu. Die Standardlösungen werden nach der ursprünglichen Vorschrift[3] hergestellt. Zweimal 2 ml jeder Fraktion werden jeweils mit 0,5 ml einer 2%igen Lösung von 2,4-Dinitrophenylhydrazin in 9 n Schwefelsäure gemischt, während eine dritte (Blind-)Probe 9 n Schwefelsäure allein erhält. Nach 15stündigem Bebrüten bei 30°C gibt man 85%ige Schwefelsäure zu, läßt stehen und bestimmt dann die Extinktionen nach

---

[1] Biochemic. J. **49**, 88 (1951).

[2] Biochem. Z. **328**, 361—367 (1956). Med. Fakultät, Skoplje (Jugoslawien).

[3] J. biol. Chemistry **174**, 201 (1948).

[4] Biochemic. J. **65**, 11 P (1957). Univ. London, Maudsley Hosp., London (Engl.).

J. H. Roe und C. A. Kuether[1] mit der Ausnahme, daß 2 ml Säure an Stelle von 2,5 ml zu jeder Blindlösung zugegeben werden, darauf aber 0,5 ml einer 2%igen Lösung von 2,4-Dinitrophenylhydrazin in 85%iger Schwefelsäure zugefügt werden. Falls Trübungen auftreten, wird zentrifugiert. Fraktion I liefert Ascorbon und Diketogulonsäure, Fraktion II Diketogulonsäure allein und Fraktion III alle beiden Substanzen zusammen mit Ascorbinsäure. L. Acker

Zur getrennten Bestimmung des direkt reagierenden Bilirubins im Urin adsorbieren F. A. Gries und G. Gries[2] das Bilirubin an frisch gefälltes Calciumphosphat und reinigen so von den im Harn enthaltenden störenden Begleitstoffen. — *Arbeitsweise.* 2,0 ml Harn werden mit 1,5 ml 11%iger $Na_2HPO_4 \cdot 12\,H_2O$-Lösung und 0,5 ml 20%iger $CaCl_2 \cdot 6\,H_2O$-Lösung versetzt, gut durchgeschüttelt, nach 30 min scharf zentrifugiert, das Überstehende abgegossen und der Niederschlag mehrere Male mit wenig 0,2%iger $CaCl_2 \cdot 6\,H_2O$-Lösung gewaschen. Der Niederschlag wird in etwa 1 ml 1,5 n Acetatpufferlösung (p_H 3,8) und 3—5 Tropfen 25%iger Salzsäure gelöst und gleich mit etwa 3 ml desselben Puffers weiter verdünnt. Darauf pipettiert man 1 ml fertiges Diazoreagens zu, das man sich stets frisch aus 10 ml Diazo I (5,0 g Sulfanilsäure und 15 ml 25%iger Salzsäure mit H_2O auf 1000 ml) und 0,3 ml Diazo II (0,5%ige $NaNO_2$-Lösung in Wasser) herstellt. Man kontrolliert den p_H-Wert, der zwischen 3 und 4,2 liegen soll, und korrigiert nötigenfalls mit Pufferlösung oder dem Na-Acetat der Pufferlösungen. Dann wird 1 Std gewartet, durch Zugabe von 2 ml der 25%igen Salzsäure der Rot-Blau-Umschlag bewirkt und mit Wasser in 10 ml-Meßkölbchen bis zur Marke aufgefüllt. Nach 30—60 min kann die Extinktion bei Filter S 57 abgelesen werden. Die Bilirubinkonzentration im Harn wird berechnet nach $C = E \cdot 4{,}3$ (E bei 10 mm Schichthöhe gemessen). Die Differenz zu parallel bestimmtem Gesamtbilirubin (nach T. K. Wirth[3]) ergibt das indirekt reagierende Bilirubin. H. Pelzer

Zur Bestimmung des Antidiabeticums N-(4-Methyl-benzolsulfonyl)-N′-butylharnstoff (Artosin, Rastinon) in Serum wird von H. Spingler und F. Kaiser[4] eine einfache Methode angegeben. Das der Gefriertrocknung unterworfene Serum wird nach Zusatz einiger Tropfen wäßriger Salzsäure mit Essigester extrahiert, der eingedampfte Extrakt in Methanol gelöst und die Absorption der erhaltenen Lösung im UV-Licht bei 228 und 280 mμ gemessen. Die Messung bei zwei verschiedenen Wellenlängen ermöglicht die rechnerische Ausschaltung des Serumblindwertes. — *Arbeitsweise.* 1 ml Serum wird in einer Gefrieranlage getrocknet, der Rückstand in einem Zentrifugenglas erst mit 3 ml Essigester und nach 1 min mit 5 Tropfen 0,1 n Salzsäure versetzt und mit einem Glasstab zerrieben. Nach 5 min wird 1 ml der überstehenden klaren Flüssigkeit entnommen und zur Trockne verdampft. Zur vollständigen Vertreibung des Lösungsmittels bläst man Luft über den Eindampfrückstand. Man löst den Rückstand in 3 ml Methanol und mißt die Extinktion der erhaltenen Lösung unter Verwendung von 1 cm-Küvetten bei den genannten Wellenlängen. Vergleichslösung ist Methylalkohol. Da N-(4-Methyl-benzolsulfonyl)-N′-butylharnstoff bei 280 mμ praktisch nicht absorbiert, ist die bei dieser Wellenlänge gemessene Extinktion auf die Absorption des Leerserums zurückzuführen. Die Beleganalysen zeigen gute Übereinstimmung mit den erwarteten Werten. K. Machner

---

[1] J. biol. Chemistry **147**, 399 (1943).

[2] Klin. Wschr. **1957**, 81—85; Univ.-Klinik, Marburg/Lahn.

[3] Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **275**, 166 (1942).

[4] Arzneimittel-Forsch. **6**, 760—762 (1956). Fa. Boehringer & Soehne G. m. b. H., Mannheim-Waldhof.

Namen- und Sachverzeichnis des 158. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

A.B.C.M.—S.A.C. Committee Bestimmung von Mangan, organischem Kohlenstoff und Chlorid sowie der Alkalität und Acidität in gewerblichen Abwässern 51

Abdel-Akher, N. und Smith, F. Sichtbarmachung der Lactone von Galakturon- und Glucuronsäure mit Hydroxamsäure und Eisen(III)-chlorid 441

Abdine, H., siehe Flaschka, H.

Abelson, D. und Bondy, Ph. K. Spektrophotometrische Bestimmung von Δ^4-3-Ketosteroiden 461

Acker, L. und Lenz, M. Fremdfettnachweis in Schokoladen 447

Adachi, J. Farbreaktion auf Methylketone 228

Adamek, S., siehe Osborne, J. S.

Adams, G., siehe Umberger, C. J.

Adams, R. N. Potentiometrische Titration mit kontrolliertem Stromfluß 127. — Siehe auch Reilley, C. N.

Afanasiev, B. N. und Kruževnikova, A. I. Colorimetrische Bestimmung einiger aromatischer Amine und ihrer Derinate 443/444

Agafonov, P. F. Bismutatverfahren zur Bestimmung von Chrom in vanadiumfreien Stählen 63

Aihara, O., siehe Suzuki, S.

Aivasov, B. V., siehe Obolencev, R. D.

Alber, H. K., siehe Steyermark, A.

Albisson, C., siehe Barlot, J.

Aldridge, W. N. und Cremer, J. E. Colorimetrische Bestimmung von Di- und Triäthylzinnverbindungen 289

Alekseeva, V. M. und Rusanov, A. K. Spektralanalytische Bestimmung von Beryllium in Erzen und Mineralien 380.—Siehe auch Rusanov, A.K.

Alexander, O. R., siehe Godar, E. M.

Alkemade, C. T. J., und Jeuken, M. E. J. Zur Frage des Aluminiumeinflusses auf die Calciumemission in der Flamme 401[Or]

Almássy, Gy, und Kávai, M. Zs. Bestimmung von Eisen in natürlichen Wässern 51

Alten, F., siehe Vageler, P.

Aluise, V. A., siehe Steyermark, A.

Amick, R. M., siehe Parsons, J. S.

Amin, A. M. Bestimmung von Zink in Aluminiumlegierungen 372. — Siehe auch Flaschka, H.

Anderson, J. R., and Napier, K. H. Gaschromatographische Trennung der Aromaten von gesättigten und olefinischen Kohlenwasserstoffen 442

Andrejeva, M. A., siehe Teodorovič, I. L.

Anson, F. C., siehe Lingane, J. J.

Antener, I. Serienbestimmung von Vitamin B_1 449

Ardelt, H. W., Rauscher, K., und Opel, P. H. Polarographische Bestimmung von Kupfer in Tomatenmark 311

van Arkel, C. G. Morphinbestimmung 142

van Arkel, C. G., und Meijst, M. Extraktion von Aconitknollen 147

Armstrong, W. D., siehe Zipkin, I.

Arnikar, H. J., und Chemla, M. Chromatographie der Alkaliionen auf Asbestpapier 280

Asahi, Y. Polarographisches Verhalten von Flavinadenin-dinucleotid 159

Ashizawa, T. Nachweis und colorimetrische Bestimmung von Calcium 284

ASTM, Fluorescenzindicator-Adsorptionsmethode zur Analyse von Benzin, Düsenölen und Cerosin 387

Atrašenok, L. Ja., siehe Starik, I. E.

Auerbach, M. E. Nachweis quaternärer Ammoniumverbindungen 458

Ausel, W., siehe Wengler, H. L.

Awada, E., siehe Sakurai, H.

Axelrud, N. V., und Spivakovski, V. B. Polarographische Bestimmung von Indium 287

Ayres, G. H., und Bolleter, W. T. Empfindliche spektralphotometrische Iridiumbestimmung 138

Baasch, D., siehe Schmidts, W.
Baba, H. Bestimmung kleinster Kupfergehalte in Germaniumdioxyd 385
Babko, A. K., Klejner, K. E., und Markova, L. V. Sauerstoffbestimmung in Metalloxyden 56
Babko, A. K., Volkova, A. I., und Drako, O. F. Bestimmung von Sauerstoff in Metallen 56
Bachman, C., und Pettit, J. Bestimmung von Oestradiol und Oestron 462
Bacon, A. und Milner, G. W. C. Bestimmung von Uran in Legierungen 54
Bajkina, V. M., und Chochlov, A. S. Analyse von Isomerengemischen durch Gegenstromverteilung 444
Bakács-Polgár, E., Szekeres, L., und Láng, B. Titration of AsO_4^{3-} Ions with 0,1 M Magnesium Sulphate Solution in the Presence of Ca^{2+}, Mg^{2+}, Fe^{3+}, Cu^{2+} Ions and some Other Foreign Substances 14 /Or/.
Bălănescu, G. Fällung von Molybdän mit Oxychinolin 379
Ball, E. G., Revel, J. P., und Cooper, O. Aktivitätsbestimmung von γ-Glutaminyltranspeptidase 160. — Siehe auch Kinoshita, J. H.
Ball, R. G., siehe Menis, O.
Ballczo, H., und Schiffner, H. Bestimmung von Fluor mit Triphenylzinnchlorid 292
Bane, R. W., siehe Jensen, K. J.
Banerjee, D. K. Bestimmung von Aluminium in Titan und Titanlegierungen mit Aluminon 58
Banks, Ch. V., siehe Voter, R. C.
Bardin, M. B., und Ljalikov, Ju. S. Polarographische Palladiumbestimmung 137
Barker, S. A., Stacey, M., und Zweifel, G. Trennung neutraler Polysaccharide 442
Barlot, J., und Albisson, C. Polarographische Chloralbestimmung 74
Barney, II, J. E., siehe Bertolacini, R. J.
Barnstein, Ch., siehe Higuchi, T.
Baron, H. Bestimmung von Bor 240
Barrett, W. J., siehe White jr., L.
Bartholomew, R. J., Dalgliesh, C. E. und Wootton, I. D. P. Bau eines Spektralphotometers mit zwei Quarzmonochromatoren 119
Bastin, E. L., siehe McCoy, R. N.
Bates, J., siehe Cohen, H.
Bauch, M., siehe Mendel, B.
Baum, F., Krekeler, E., und Stengele, J. Quantitative Bestimmung von Oestradiol-Oestron im Gewebe 462
Baumgartner, L., siehe Sansoni, B.
Bayer, E. Anreicherung von Spurenelementen auf biologischem und chemischem Wege 35
Bayer, E., und Reuther, K. H. Papierchromatographische Analyse von Carbonsäureestergemischen bei der Untersuchung von Aromastoffen 298
Beckel, A. Fremdwasserbestimmung in geronnenen Milchproben 305
Becker, W. W. Stickstoffbestimmung von Sprengstoffen 68
Beerntsen, D. J., siehe Peterson, D. T.
Beet, A. E. Kjeldahl-Aufschluß unter Zusatz von Permanganat 387
Behrends, J., siehe Runge, F.
Belcher, R. Untersuchungen über die qualitative anorganische Analyse 33
Belcher, R., und Ingram, G. Mikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 215
Belcher, R., und Weisz, H. Analysengang für den Nachweis von Anionen 33
Belenkaja, S. L., siehe Etlis, V. S.
Beljaev, Ju. I., und Zajdel, A. N. Bestimmung des Kondensationsgrades von kleinen Mengen Verunreinigungen in verschiedenen Verbindungen 200. — Siehe auch Zajdel, A. N.
Beljajeva, L. I., siehe Moračevskij, Ju. V.
Beljajeva, V. K., siehe Rjabčikov, D. I.
Beljakov, A. A. Bestimmung von Tetrachlorkohlenstoff in der Luft 47
Belov, S. F., und Ivanova, D. N. Titanbestimmung in Alkalichloridschmelzen 383
Berger, K. C., und Truog, E. Bestimmung des pflanzenverfügbaren Bors im Boden 240
Bergmann, J. G., und Sanik jr., J. Bestimmung von wenig Chlor in Erdöl 393
Berkeš, I., siehe Berkeš, P.
Berkeš, P., und Berkeš, I. Papierchromatographische Untersuchung von Insulinpräparaten 463
Bernaerts, M. J. Mikrobiologischer Nachweis von Konservierungsmitteln in Marmelade 312
Berquin, Y. Destillationsapparatur aus Pyrexglas 121

Bertolacini, R. J., und Barney, II, J. E. Bestimmung von Sulfat durch Umsetzung mit dem Bariumsalz der Chloranilsäure 292
Bett, N., Nock, W., und Morris, G. Coulometrisches Titriergerät 294
Beyer, E. Physikalisch-chemische Untersuchungsmethoden. Band 1: Elektrometrische Meßmethoden 199 [L]
Bhatki, K. S. Volumetrische Bestimmung von Cyanid mit Nickelsulfatlösung 288
Bhattacharyya, S. C., siehe Sogani, N. C.
Biddiscombe, D. P., und Herington E. F. G. Verwendung anorganischer Komplexe für Farbreaktionen organischer Verbindungen 42. — Bestimmung von Isochinolin neben Chinolin und Chinaldin 42
Biedermann, W. Titration von Eisen(III) mit Äthylendiamintetraessigsäure 7
Biefer, K. W., und Hadorn, H. Nachweis von Sojabohnenöl 308. — Siehe auch Hadorn, H.
Bischitzky, F. K. Bestimmung von Zinn in Kupferlegierungen 370
Bitskei, J., und Móritz, P. Brasilin als Säure-Base-Indicator 37
Black, E. D., Margerum, J. D., und Wyman, G. M. Qualitative Infrarot-Mikrospektroskopie 118
Black, R. A., siehe Yoe, J. H.
Blaedel, W. J., und Malmstadt, H. V. Titrationszelle für Hochfrequenztitrationen 237
Blair, A. J., und Pantony, D. A. Photometrische Bestimmung von Kupfer in Bronzen, Stählen, Legierungen, Erzen und Mineralen 55
Blake, M. I., siehe Hamarneh, S. K.
Blank, E. W., siehe Ross, L. U.
Blanquet, P. Photometrische Uranbestimmung mit Dibenzoylmethan 134
Blanquet, P., und Dalmai, G. Photometrische Bestimmung von Wasserstoffperoxyd 279.
Blažek, J. Bestimmung von Nitrofurfurylidenaminohydantoin in Furadantintabletten 75
Bobrański, B. Zentigrammbestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Substanzen 214
Bobtelsky, M., und Mayer, B. Mikroheterometrische Bestimmung von Palladium 137
Bocquet, G., und Pâris, R. A. Polarographische Analyse von Phenyl-2-oxin 213
Bodánszky, A., Hollós, J., und Németh, A. Bestimmung kleiner Mengen Histamin neben viel Histidin 154
Bodor, E., siehe Erdey, L.
Bohm, E. Bestimmung von flüchtigen Säuren im Wein 296
Bolleter, W. T., siehe Ayres, G. H.
Bond jr., G. R., und Harriz, C. G. Bestimmung von Stickstoffspuren in Erdöldestillaten 391
Bondy, Ph., K., siehe Abelson, D.
Booman, G. L. Coulometrie mit konstanter Spannung 206
Booman, G. L., Holbrook, W. B., und Rein, J. E. Apparatur zur coulometrischen Bestimmung von Uran (VI) 207
Booth, E., Bryant, F. J., und Parker, A. Überblick über die Methoden der Mikrovakuumschmelze zur Bestimmung von Sauerstoff, Wasserstoff und Stickstoff in Metallen 370
Borrow, A., und Jefferys, E. G. Bestimmung von Pentosen nach Anilinacetat-Furfurolverfahren 236
Bottei, R. S., und Furman, N. H. Bestimmung organischer Substanzen nach der Chrom(II)-chloridmethode 443. — Siehe auch Furman, N. H.
Bouillon, F., Piron, J., und de Lil, M. Qualitative elektrometrische Analyse von Oxydationsanlaufschichten auf Kupfer 55
Bouzková, J., Hejtmánek, M., und Vavruch, I. Berechnung der Lage und Ausdehnung des Stoffes auf Papierchromatogrammen 205
Bove, C., siehe Pinta, M.
Boyland, E., und Solomon, J. B. Papierchromatographische Bestimmung der Stoffwechselprodukte von Naphthalin in Rattenharn 319
Bozzi-Tichadou, M., siehe Dumazert, C.
Bradacs, L. K., Feigl, F., und Hecht F. Extraktion von Gallium mit Äther 286
Braun, T. E. Papierchromatographische Bestimmung von Spuren Silber und Quecksilber 282
Brealey, L., und Elvidge, D. A. Bestimmung von Riboflavin in pharmazeutischen Produkten 80
Bregoff, H. M., Roberts, E., und Delwiche, C. C. Papierchromatogra-

phische Trennung quaternärer Ammoniumbasen 233
Brin, G. P., siehe Michailova, Je. S.
Brindley, Papierchromatographische Technik 147
Britt jr., R. D., siehe Keirs, R. J.
Brogioni, M. Bestimmung von Diacetyl in Butter 307
Brooks, A. A., Forist, A. A., und Loehr, B. F. Bestimmung von Neomycin in Neomycinsulfat 399
Broughton, P. M. G. Bestimmung von Barbituraten 76
Bruckenstein, S. Bestimmung kleinster Mengen Wasser in Essigsäure 455. — Siehe auch Kolthoff, I. M.
Brunisholz, G., und Cahen, R. Komplexometrische Bestimmung der Seltenen Erden 128
Brunner, F. J., siehe Seuss, A.
Bryan, H. A., siehe Dean, J. A.
Bryant, F. J., siehe Booth, E.
Bubam, W., siehe v. Vogel, H. U. Chemikerkalender 30 [L]
Buděšínský, B. Bestimmung der C=C-Doppelbindung 223
Bühler, F., siehe Wagner, H.
Bühler, M. Bestimmung von Kohlenhydraten mit dem Anthronreagens 156
Bürgin, A., siehe Schindler, R.
Bumba, W., siehe Šafařík, L.
Bunge, W., und Neuber, R. Flammenphotometrische Serienanalysen 118
v. Bunsen, H., siehe Scholder, R.
Burel, R., siehe Nicolas, L.
Burger, E. Bestimmung des Bleigehaltes von Trockenhefe 446
Burris, W. A., siehe Hawkins, J. E.
Burton, R. B., siehe Zaffaroni, A.
Busev, A. I. Dialkyl- und Diarylthiophosphorsäuren als analytische Reagentien 40
Busev, A. I., und Ivaniutin, M. I. Dialkyl- und Diaryldithiophosphorsäuren als analytische Reagentien 39
Bush, I. E. Papierchromatographie von Steroiden 461
Buyske, D. A., Flowers jr., J. M., Wilder jr., P., und Hobbs, M. E. Nachweis einiger organischer Verbindungen im Zigarettenrauch 72
Buyske, D. A., Wilder jr., P., und Hobbs, M. E. Bestimmung flüchtiger Monocarbonsäuren im Tabakrauch 71

Cahen, R., siehe Brunisholz, G.
Čajka, M. P., siehe Zajdel, A. N.
Callinan, T. D., Roe, R. M., und Romans, J. B. Faktoren, die die Verwendung dielektrischer Methoden bei der Bestimmung des Seewassergehaltes von Marine-Spezialbrennölen beeinflussen 389
Campbell, C., und Gordon, S. Automatische Aufzeichnung von Gewichtsveränderungen 120. — Siehe auch Gordon, S., sowie Hogan, V. D.
Campbell, J. E., siehe Wiberley, S. E.
Caputo, A., siehe Dose, K.
Černá, E., Mašek, J., und Vedlich, M. Verwendung der Thiobarbitursäuremethode zur Feststellung oxydativer Veränderungen in der Butter 305
Černichov, Ju. A., und Kučmistaja G. I. Jodometrische Bestimmung von Zirkonium in Erzen 452
Černý, A., siehe Macek, K.
Cervone, E., siehe Liberti, A.
Chadejev, V. A., und Mirbadaleva, A. I. Amperometrische Titration einiger Metalle mit Tetrarhodanomercurat(II) 126
Chakrabartty, M. M., siehe Majumdar, A. K.
Challis, H. J. G., und Jones, J. T. Turbidimetrische Chlorbestimmung in Titan 57
Chapman jr., F. W., und Sherwood, R. M. Spektralphotometrische Bestimmung kleiner Mengen von Halogenen in schweren Kohlenwasserstoffen und Katalysatoren 392
Charlton, F. E. Mikro-C-H-Bestimmung in organischen Substanzen 215
Chemla, M., siehe Arnikar, H. J.
Chirnside, R. C., Cluley, H. J., und Proffitt, P. M. C. Bestimmung sehr kleiner Bormengen in Nickel 376
Chochlov, A. S., siehe Bajkina, V. M.
Chovin, P. Ausführliche Bibliographie der Gaschromatographie 202
Číhalík, J., und Kudrnovská-Pavlíková, E. Amperometrische Titrationen mit Mercaptobenzthiazollösung 367
Číhalík, J., und Růžička, J. Verwendung von Jodmonochlorid in der Maßanalyse 365
Číhalík, J., und Terebová, K. Verwendung von Jodmonochlorid in der Maßanalyse 365
Clarke, M. F. Mikrobiologische Bestimmung von Pantothensäure mit Lactobacillus casei 315. — Riboflavinbestimmung 315
Cluley, H. J., siehe Chirnside, R. C.

Coch Frugoni, J., siehe Marini-Bettòlo, G. B.
Cohen, H., und Bates, J. Bestimmung von Oestradiol und Oestron 462
Cooper, H. C., siehe Happ, G. P.
Cooper, O., siehe Ball, E. G.
Cooper, S. S. Stabilität von Natriumtetraphenyloboratlösungen 364
Coppini, D. Analytische Methoden für Tryptophanabbauprodukte 154
Corcoran, G. B. Säulenchromatographische Trennung der Bestandteile von Tabakrauch 71
Da Costa, A. A., siehe Tomiyama, T.
Couerbe, J., siehe Garcia, I.
Cox, H. E. Spektrophotometrische Bestimmung von Vitamin D 450
Cremer, J. E., siehe Aldridge, W. N.
Cristau, B., siehe Vignoli, L.
Crowder, M. M., siehe Manohin, B.
Crowther, J. Papierchromatographische Trennung kondensierter Phosphate 241
Čudakova, I. K., siehe Volynskij, N. P.
Currie, A. L., siehe Timell, T. E.
Curry, A. S. Bestimmung von Barbituraten bei Gegenwart von β-Methyl-β-äthyl-glutarimid 76
Curtis, J. A., siehe Owens, W. H.

Dalgliesh, C. E. Zweidimensionale Papierchromatographie von Harnindolen und verwandten Substanzen 157. — Siehe auch Bartholomew, R. J.
Dalmai, G., siehe Blanquet, P.
Damron, C. M., siehe Roe, J. H.
Daruwalla, E. H., und Desai, N. F. Bestimmung von Arylamiden der 3-Hydroxy-2-naphthoesäuren und verwandter Verbindungen 237
Datta, S. K., und Ghose, P. Use of Organic Reagents in Inorganic Analysis. Part V. Paperchromatography of Some Metal Complexes of 1-Nitrose-2-hydroxy-3-naphthoic Acid 347 [Or]
Dave, J. B., siehe Sathe, V.
Davidson, J. N., und Waymouth, C. Bestimmung von Pentosen nach dem Anilinacetat-Furfurolverfahren 236
Davydova, T. N., siehe Kibardin, S. A.
Deal, C. H., Otvos, J. W., Smith, V. N., und Zucco, P. S. Strahlungsempfänger in der Gaschromatographie 204
Dean, E. W., und Stark, D. D. Apparatur zur azeotropen Destillation 231
Dean, J. A., und Bryan, H. A. Studie über die Polarographie löslicher Komplexe von Pontachromviolett SW 211. — Polarographisches Verhalten der Pontachromviolett SW-Komplexe 212. — Amperometrische Bestimmung von Magnesium von Pontachromviolett SW 283
Delwiche, C. C., siehe Bregoff, H. M.
Demidov, A. V., siehe Mochov, L. A.
Derkosch, J., Mayer, F. X., und Neuninger, H. Spektrochemische Verfahren zur Herkunftsbestimmung metallischer Gegenstände aus vorgeschichtlicher Zeit 54
Dermelj, M., und Strauch, L. Bestimmung von Stickstoff in Kohlen nach Kjeldahl 386
Desai, N. F., siehe Daruwalla, E. H.
Desbaumes, P., siehe Deshusses, J.
Deshusses, J., und Desbaumes, P. Nachweis von Dulcin in Lebensmitteln 312
Desjobert, A., und Petek, F. Papierchromatographische Trennung der Inosit-Phosphorsäureester 461
Desty, D. H. Standardisierung der Nomenklatur und Methoden in der Gaschromatographie 203
Dick, J., siehe Spacu, G.
Dickinson, W. Chromatographische Untersuchung von Insulin 462
Dieckert, J. W., und Morris, N. J. Chromatographisches Schnellverfahren zur Trennung von Zuckern 234
Dieckert, J. W., und Reiser, R. Papierchromatographische Trennung von Glyceriden, Cholesterin und Cholesterylestern 234
Diehl, H., siehe Voter, R. C.
van Dijk, H. C., siehe Kolthoff, I. M.
Dixon, B. E., siehe Sergeant, G. A.
Dobronravova, A. N., siehe Preobraženskij, B. K.
Dobrynina, T. P., siehe Timofeeva, E. A.
Doerffel, K., siehe Geyer, R.
Doncov, Ju. P., und Striganov, A. P. Spektralverfahren zur quantitativen Bestimmung der isotopischen Zusammensetzung kleiner Mengen schweren Wassers 279.
van den Dool, H. Nachweis von synthetischen Aromen, Zichorie und Karamelstoffen in Kaffee-Extrakten 447

Dorn, H., und Götz, A. Bestimmung des ätherischen Öls in Kamillenblüten 74
Dose, K., und Caputo, A. Aminosäure-Totalanalyse von Proteinhydrolysaten 149
Doskočil, J., und Pařízková, H. Titration von wasserlöslichen Penicillinsalzen und von Procain-Penicillin 398
Dozinel, Ch. M., und Gill, H. Turbidimetrische Bestimmung von Spuren Zinn in Raffinade-Kupfer 371. — Bestimmung von Eisen in Rein- und Elektrolytkupfer 372
Drako, O. F., siehe Babko, A. K.
Drozdov, N. S., und Iskandarjan, A. K. Bestimmung kleiner Mengen Nitrat, Nitrit und Hydroxylamin 131
Drucker, C. Palladium-Wasserstoff-Elektroden als p_H-Indicatoren 368
Dubost, P., und Pascal, S. Bestimmung von Largactil 79
Dumazert, C., Ghiglione, C., und Bozzi-Tichadou, M. Colorimetrische Bestimmung von Tyrosin 153
Dunnavant, W. R. Einfache Pumpe zum Füllen von Büretten mit luftempfindlichen Lösungen 120, 121
Durbetaki, A. J. Direkte Titration von Oxiransauerstoff 238

Ebel, J.-P. Papierchromatographische Trennung kondensierter Phosphate 241
Eberhard, W., siehe Seitz, W.
Eccleston, B. H., Morrison, M., und Smith, H. M. Bestimmung von Schwefel in Erdölprodukten 391
Edman, P., und Lauber, K. Überführung von Aminosäuren in die Phenylthiohydantoinderivate 318
Edman, P., und Sjöquist, J. Papierchromatographische Trennung von Phenylthiohydantoinen von Aminosäuren 317.
Edwards, J. W., siehe Milner, G. W. C.
Effern, J. Bestimmung des Fremdwassergehaltes in geronnenen Milchproben 305
Eldridge, J. S., siehe Schweitzer, G. K.
Eldridge, R. W., siehe Thomas, M. D.
Elek, A. Mikrobestimmung von Alkocylgruppen 223
Elvidge, D. A., siehe Brealey, L.
Emr, A., siehe Körbl, J.
Enenkel, H. J., siehe Turba, F.
Engelbrecht, R. M., und McCoy, F. A. Bestimmung des Nitratstickstoffs im Dünger 70
England, L. J., siehe Steele, M. C.
Erdey, L., Fleps, V., und Bodor, E. Bestimmung von Phosphorsäure 385
Ernst, A., siehe Runge, F.
Eschmann, H., siehe Potterat, M.
Esposito, G. G., siehe Swann, M. H.
Etlis, V. S., und Belenkaja, S. L. Bestimmung von Propylenderivaten in Äthylenoxyd und dessen Umwandlungsprodukten 394
Ettinger, M. B., siehe Moore, W. A.
Evans, G. H., und Strain, H. H. Trennung von Alkali- und Erdalkalikationen durch Elektrochromatographie 123

Farag, A., siehe Khalifa, H.
Faring, J. D., siehe Sallee, E. M.
Faugeras, G., siehe Paris, R.
Fehér, F., und Sauer, K.-H. Bestimmung von Kohlenstoff in gereinigtem Schwefel 66
Feigl, F. Tüpfelreaktion für Calciumcarbonat 302. — Siehe auch Bradacs L. K.
Feigl, F., und Goldstein, D. Nachweis von primären Nitroparaffinen in der Tüpfelanalyse 427 [Or]
Feigl, F., Goldstein, D., und Rosell, R. A. Nachweis von Spuren Chlorid in Feinchemikalien 421 [Or]
Feldman, I. Verwendung und Mißbrauch von p_H-Messungen 206
v. Fellenberg, T. Nachweis von Monobromessigsäure 299
Fenton jr., A. J., und Furman, N. H. Abhängigkeit der Stromausbeute von der Stromdichte bei der coulometrischen Bestimmung von Eisen(III) 294
Ferrari, G., siehe Rindi, G.
Feschotte, P., siehe Rinck, E.
Fett, E. R., siehe Malmstadt, H. V.
Feucht, H., siehe Zörner, A.
Fischer, A. Alkaloidbestimmung mit stark basischem Anionenaustauscher 143
Fischer, E., siehe Wieland, Th.
Flanquart, G., siehe Sandi, S.
Flaschka, H. Bestimmung von Zink mit Eriochromschwarz T als Indicator 285
Flaschka, H., und Abdine, H. PAN als Indicator in der Chelatometrie 10
Flaschka, H., Holasek, A., und Amin, A. M. Bestimmung von orga-

nischen Basen mit Natriumtetraphenyloborat 395
Flaschka, H., und Sadek, F. Mikrotitrationen mit Äthylendiamintetraessigsäure 36
Flaschka, H., und Soliman, A. Triäthylentetramin (Trien) als analytisches Reagens. I. Allgemeines, Theorie und die photometrische Titration reiner Kupferlösungen 254 [Or]
Fleps, V., und Inczédy, J. Bestimmung kleiner Phosphorpentoxydgehalte in Polyvanadaten 385. — Siehe auch Erdey, L.
Florey, H., siehe Goldsworthy, N. E.
Flowers jr., J. M., siehe Buyske, D. A.
Fogelson, E. I., und Kazačkova, F. S. Bestimmung von Silicium in Ferrosilicium 62
Folch, J., siehe van Slyke, D. D.
Forist, A. A., siehe Brooks, A. A.
Fouchet, A. Colorimetrische Bestimmung von Tetracyclinen 400
Franzke, C. Bestimmung der Peroxydzahl von Speiseölen 307
Freeman, F. M. Colorimetrische Bestimmung von Chloramphenicol 398
Freeman, S. K. Bestimmung von Chlortoluolen und Benzalchlorid in technischem Benzylchlorid 456
Freiser, H., siehe McKaveney, J. P.
Frew, D. W., siehe Seim, H. J.
Friedel, W., siehe Strack, E.
Friedmann, T. E., und Haugen, G. E. Bestimmung von Brenztraubensäure im Blut 149
Friedrich, A., siehe Pfeil, E.
Friedrich, K., siehe Večeřa, M.
Fritts, B. K., und Peattie, C. G. Auswertung massenspektrometrischer Daten 33
Fritz, J. S., und Yamamura, S. S. Bestimmung von Sulfat 218, 439
Fritz, J. S., Yamamura, S. S., und Richard, M. J. Abtrennung und Titration von Sulfat 133
Fromageot, C., Jutisz, M., und Lederer, E. Chromatographische Technik 153
Fuchs, L., siehe Pöhm, M.
Fukushima, S., Shigemoto, M., Kato, I., und Otozai, K. Störungen bei flammenphotometrischen Bestimmungen durch anwesende Fremdkationen und -anionen 201
Fukushima, S., Takahashi, K., Terasaka, S., und Otozai, K. Multiplikative Störungen bei flammenphotometrischen Analysen 202
Funk, G. L., siehe Johnson, J. B.
Funk, H., und Schäfer, H. Polarographische Analyse von Blei, Kupfer und Zink 290
Furman, N. H., und Bottei, R. S. Bestimmung von Nitrosoverbindungen durch Reduktion 443
Furman, N. H., und Low jr., G. W. Bestimmung von Chlorid in Titanschwamm 58. — Siehe auch Bottei, R. S., sowie Feuton jr., A. J., und Reilley, C. N.
Fuson, R. C., siehe Shriner, R. L.

Gaedtke, K., und Schreier, K. Bestimmung von Serotonin in Urin 158. — Siehe auch Schreier, K.
Gahler, A. R., und Porter, G. Schnellbestimmung von Chlorid in Titanschwamm 374
Galič, P. N., siehe Sergienko, S. R.
Galpern, G. D., siehe Volynskij, N. P.
Gamsjäger, H., und Reichert, F. Zur Kenntnis der Abtrennung geringer Magnesiummengen von Eisen mit Ammoniumsulfid 356 [Or]
Garcia, I., und Couerbe, J. Verteilungschromatographie quaternärer Ammoniumverbindungen 227
Gasparič, J., und Večeřa, M. Papierchromatographische Trennung aliphatischer Aldehyde und Ketone 227. — Siehe auch Večeřa, M.
Gavrilova, E. F., siehe Žarovskij, F. G.
Gee, M., und McCready, R. M. Papierchromatographischer Nachweis von Galakturon- und Glucuronsäuren 441
Gelman, N. E., und Koršun, M. O. Mikrobestimmung von Stickstoff 438. — Siehe auch Koršun, M. O.
Gettkandt, G. Bestimmung des Saccharasegehaltes (der biologischen Aktivität) des Bodens 240
Geyer, R., und Doerffel, K. Maßanalytische Sulfatbestimmung in Wässern 418 [Or]
Gheorghiu, C., siehe Spacu, G.
Ghiglione, C., siehe Dumazert, C.
Ghose, H. M., siehe Ghosh, S. P.
Ghose, P., siehe Datta, S. K.
Ghosh, S. P., und Ghose, H. M. Gravimetrische Bestimmung von Kobalt mit Benzimidazol 295
Gill, G. M., siehe Speight, K.

Gill, H., siehe Dozinel, Ch. M.
Gindin, L. M., und Kouba, E. F. Schnellbestimmung von Eisen in Produkten der Kobaltgewinnung 377. — Schnellbestimmung von Nickel in metallischem Kobalt, Kobaltoxyd oder Kobalthydroxyd 377
Ginsburg, L., siehe Gordon, L.
Giri, K. V., und Rao, N. A. N. Papierchromatographische Technik 301
Gisinger, L., und Metzger, A. Bestimmung von Stärke und Trockensubstanz in Kartoffeln 301
Gjems, O., siehe Lydersen, D.
Glaudemans, C. P. J., siehe Timell, T. E.
Glazova, K. I., siehe Koršun, M. O.
Glemser, O., siehe Ziegler, M.
Gnauer, H., siehe Woidich, K.
Godar, E. M., und Alexander, O. R. Bestimmung von Zinn in Nahrungsmitteln 296
Goettelmann, R. C., siehe Thomas, M. D.
Götz, A., siehe Dorn, H.
Goldbach, H.-J., siehe Pfeil, E.
Goldfinger, G. C., siehe Rosen, M. J.
Goldstein, D., siehe Feigl, F.
Goldsworthy, N. E., und Florey, H. Untersuchung von Lysozym 155
Golubcova, R. B. Farbreaktion mit β-Naphthochinolin zum Nachweis von Kobalt, Wismut und anderen Metallen 295
Gorbach, G., und Haack, A. Abmessen kleiner Lösungsmengen 45
Gordon, L., und Ginsburg, L. Untersuchungen über die Mitfällung mit Eisen(III)-perjodat 212
Gordon, S., und Campbell, C. Analyse pyrotechnischer Gemische 454.— Siehe auch Campbell, C., sowie Hogan, V. D.
Goswami, N. Bestimmung von kleinen FeO-Gehalten in Mineralien 383
Gotô, H., und Kakita, Y. Mikrobestimmung von Arsen und Antimon in hochgereinigtem Germanium und Germaniumdioxyd 373
Gotô, H., und Takeyama, S. Analyse niederwertiger Titanverbindungen 383
Gotô, H., und Yokoyama, Y. Bestimmung von Germanium in Erzen 380
Graham, R. P., siehe Page, J. A.
Granatelli, L. Bestimmung von organisch gebundenem Chlor in Erdölfraktionen 394
Grat-Cabanac, M. Reduktion von Eisen(III) zu Eisen(II) für die photometrische Bestimmung mit α, α'-Dipyridyl oder 1,10-Phenanthrolin 294
Grau, R., und Mirna, A. Über die Bestimmung von Nitrit, Nitrat und Kochsalz in Fleischwaren und Laken 182 [Or]
Gregory, J. N., Mapper, D., und Woodward, J. A. Bestimmung von gasförmigen Elementen in Metallen mit Hilfe der Vakuumschmelzmethode 370
Gremminger, J., und Piatti, L. Betriebsanalytische Schnellbestimmung von Silicium in Gußeisen 375
Gries, F. A., und Gries, G. Bestimmung des direkt reagierenden Bilirubins im Urin 464
Gries, G., siehe Gries, F. A.
Griffing, M. E., Rozek, A., Snyder, L. J., und Henderson, S. R. Bestimmung von Bleispuren in Benzin und Heizölen 390
Griffith, E. J. Thermogravimetrische Analyse komplexer Mischungen aus Hydraten 364
Grimes, M. D., siehe Nelson, K. H.
Grodzinski, J. Bestimmung des Stickstoffgehaltes von Sprengstoffen 68
Groennings, S., siehe Knight, H. S.
Grossfeld, J. Untersuchung von Speisefetten 447
Grünewald, T. Festigkeitsprüfgerät für Lebensmittel 295
Gržegoževskij, A. S. Eigenschaften des Di-β-naphthylthiocarbazons sowie seiner Wismut- und Nickel-Komplexe 44
Guagnini, O. A., und Vonesch, E. E. Nachweis von Ameisensäureestern neben anderen Carbonsäureestern 230
Gudriniece, E. Ju., siehe Jevinš, A. F.
Gübeli, O. Methodik der Mineralwasseruntersuchung 49
Gunhold, P., und Schüller, H. Bestimmung des pflanzenaufnehmbaren Magnesiums im Boden 239
Gunn, E. L. Röntgenfluorescenzanalyse von Pulvern mittels Matrixverdünnung 362
Gusev, S. I., Kumov, V. I., und Sokolova, Je. V. Gewichtsanalytische Halbmikrobestimmung von Beryllium 283
Gwirtsman, J., siehe Ma, T. S., sowie Mavrodineanu, R.

Gyenes, I. Titerstellung einer benzolmethanolischen Kaliummethoxyd-Maßlösung 38. — Bestimmung von Diäthylstilbendiol und Diäthylstilbendioldipropionat 79
Györbiró, K., siehe Proszt, J.
Gysel, H. Apparatur zur Stickstoffbestimmung nach Dumas 217

Haack, A., siehe Gorbach, G.
Haagen-Smit, A. J., siehe Kirchner, J. G.
Haas, E. G., siehe Nesh, F.
Hadorn, H., Biefer, K. W., und Suter, H. Jodometrische Bestimmung der Peroxydzahl in Speiseölen 307
Hadorn, H., und Jungkunz, R. Bestimmung der Peroxydzahl von Speiseölen 307. — Siehe auch Biefer, K. W.
Hahn, F. L. Maßanalytische Kaliumbestimmung 395
Halpern, H. D., siehe Kaufmann, H. P.
Hamarneh, S. K., Blake, M. I., und Miller, C. E. Chromatographische Bestimmung von Menthol in Pfefferminzöl 78
Hambsch, K., siehe Strack, E.
Hanker, J. S., Master, I., Mattison, L. E., und Witten, B. Colorimetrische Bestimmung von Liganden durch Umsetzung ihrer Kobalt(III)-komplexe mit Redoxindicatoren 43
Hansen, B., siehe Larsson, L.
Happ, G. P., Stewart, D. W., und Cooper, H. C. Analysenmethode zur Bestimmung von flüchtigen Lösungsmitteln in industriellen Abwässern 51
Harada, S., siehe Takiura, K.
Harris, R. J., siehe Tenney, H. M.
Harriz, C. G., siehe Bond jr., G. R.
Hartkamp, H., und Specker, H. Papierchromatographische Kationentrennungen. II. Das chromatographische Verhalten von Metallchloriden im Laufmittelsystem Tetrahydrofuran-Wasser-Chlorwasserstoff 92 [Or] — Papierchromatographische Kationentrennungen. III. Versuche zur formalen Berechnung von R_f-Funktionen 161 [Or]
Hartree, E. F., siehe Keilin, D.
Hartsell, S. E., siehe Smolelis, A. N.
Haslam, J., Squirrell, D. C. M., und Heskins, M. Komplexometrische Titration von zweiwertigen Metallen 210
Haugas, E. A., siehe Mitchell, B. W.
Haugen, G. E., siehe Friedemann, T. E.
Havíř, J., und Vřešťál, J. Kaliumbestimmung in Schießpulver 453
Hawkins, J. E., und Burris, W. A. Rotierende Destillationseinrichtung 121
Haywood, F. W., und Wood, A. A. R. Metallurgical Analysis by means of the Spekker Photoelectric Absorptiometer 45 [L]
Hecht, F., siehe Bradacs, L. K.
Hehman, P., siehe Kapron, M.
Heikel, T. Papierelektrophoretischer Nachweis von Porphobilinogen 320
von Heimburg, R. G., siehe Heinrich, H. C.
Heinrich, B. J., siehe Nelson, K. H.
Heinrich, H. C. und von Heimburg, R. G. Radiopapierchromatographische Trennung von radioaktivem Vitamin B_{12} von anorganischem ^{60}Co 449
Hejtmánek, M., siehe Bouzková, J.
Henderson, S. R., siehe Griffing, M. E.
Herington, E. F. G., siehe Biddiscombe, D. P.
Hershenson, H. M., und Hume, D. N. Bestimmung aliphatischer Amine 225
Heskins, M., siehe Haslam, J.
Hess, R. W., siehe Sallee, E. M.
Hetzel, H., siehe Schober, R.
Heusser, H., siehe Marti, M.
Hewaidy, I. F., siehe Tourky, A. R.
Heyndryckx, P., siehe Lacourt, A.
Higuchi, T., Rehm, C., und Barnstein, Ch. Photometrische Bestimmung von Indicatorendpunkten 36
Hildebrand, G. P., und Reilley, C. N. Neuer Indicator zur Bestimmung von Calcium neben Magnesium 284
Hirsch, F., siehe Walker, G. T.
van Hissink, D. J. Bestimmung von austauschbarem Calcium und Magnesium im Boden 239
Hobbs, M. E., siehe Buyske, D. A. sowie Osborne, J. S. und Philippe, R. J.
Hogan, V. D., Gordon, S., und Campell, C. Analyse von Gemischen aus Kaliumperchlorat - Aluminium - Bariumnitrat 454
Holasek, A., siehe Flaschka, H.
Holbrook, W. B., siehe Booman, G. L.
Hollós, J., siehe Bodánszky, A.
Holt, T. E., siehe Shaw, W. H. C.
Hori, T., siehe Yamaguchi, Sh.

Hourigan, H. F., und Robinson, J. W. Flammenphotometrische Bestimmung von Natrium in Aluminium-Kupferlegierungen 56
House, H. P., siehe Menis, O.
House, R., siehe Sallee, E. M.
Hozumi, K., Imaeda, K., und Kinoshita, S. Modifikation der Stickstoffbestimmung nach Dumas 217
Hozumi, K., und Kinoshita, S. Mikrobestimmung von Stickstoff nach Dumas 216
Hubley, Ch. E., siehe Levi, L.
Huffman, E. W. D., siehe Steyermark, A.
Hume, D. N., siehe Hershenson, H. M., sowie Leonard, G. W.
Hutton, G. H., siehe Throckmorton, W. H.

Ikeda, R. M., Webb, A. D., und Kepner, R. E. Trennung von gesättigten Fettsäuren 229
Imaeda, K., siehe Hozumi, K.
Inczédy, J., siehe Fleps, V.
Inglis, A. S. Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 218
Ingram, G. Apparatur zur Mikro-C-H-Bestimmung 215. — Siehe auch Belcher, R.
Iritani, N., Tanaka, T., und Sakai, E. Komplexometrische Quecksilberbestimmung in pharmazeutischen Produkten 73
Iskandarjan, A. K., siehe Drozdov, N. S.
Isler, O., Nobile, S., und Zeller, P. Analyse synthetischer sauerstoffhaltiger Carotinoide 449
Issa, I. M., und Khalifa, H. Potentiometrische und volumetrische Bestimmung von Peroxyden mit alkalischen Permanganaten 40. — Siehe auch Tourky, A. R.
Ivaniutin, M. I., siehe Busev, A. I.
Ivanova, D. N., siehe Belov, S. F.
Ivanova, S. I. und Kovalenko, P. N. Bestimmung von Chlor in Zink- und Cadmiumelektrolyten 67
Ivonina, O. M., siehe Pšenicyn, N. K.
Izmajlov, N. A., siehe Sergienko, S. R.

Jančik, F., siehe Körbl, J.
Jankovský, J. Komplexometrische Zinnbestimmung mit Brenzcatechinviolett als Indicator 289
Jaycox, E. K., und Prescott, B. E. Spektrochemische Analyse von Nikkellegierungen zur Herstellung von Kathoden für thermische Ionenemission mit einem Graphit-Metall-Lichtbogenverfahren 66
Jefferies, J. P., siehe Shaw, W. H. C.
Jefferys, E. G., siehe Borrow, A.
Jensen, K. J., und Bane, R. W. Kontinuierlich arbeitende Ätherextraktionsapparatur 369
Jermakov, A. N., siehe Rjabčikov, D. I.
Jeuken, M. E. J., siehe Alkemade, C. T. J.
Jevinš, A. F., und Gudriniece, E. Ju. Bestimmung von aliphatischen und aromatischen Aminen 226
Johannsen, W., siehe Wehber, P.
Johannsson, G., siehe Karrman, K. J.
Johnson, J. B., und Funk, G. L. Acidimetrische Bestimmung primärer aliphatischer Amine 226
Johnson, R. A., siehe Kolthoff, I. M.
Joint A.B.C.M.—S.A.C. Committee, siehe A.B.C.M.—S.A.C. Committee
Jolley, E. L., siehe Steyermark, A.
Jones, J. T., siehe Challis, H. J. G.
Jordan, C., Korte, F., und v. Sengbusch, R. Papierchromatographische Bestimmung einzelner Säuren- und Zuckerarten im Obst, Beerenobst und Gemüse 297
Josephy, G. Bestimmung von Schalen in Kakao 313
Jungkunz, R., siehe Hadorn, H.
Jureček, M. Mikronachweis von Kohlenstoff 213
Jureček, M., und Nepraš, M. Spezifischer Mikronachweis von Kohlenstoff in organischen und anorganischen Verbindungen 213
Jutisz, M., siehe Fromageot, C.

Kabanov, B. N., und Poljak, L. Ja. Elektrochemisches Verhalten verschiedener Metallelektroden bei der potentiometrischen Titration mit Äthylendiamintetraacetatlösungen 120
Kaiser, F., siehe Spingler, H.
Kakabadse, G. J., siehe Manohin, B.
Kakáč, B., Šmíd, M., und Přibil, R. Quantitative Bestimmung von Kupfer und Zink in Injektionslösungen von Casein-Hydrolysaten 73
Kakemi, K., Uno, T., und Miyake, T. Bestimmung von Chlortetracyclin 400

Kakemi, K., Uno, T., und Yamashina, H. Colorimetrische Bestimmung von Erythromycin 399
Kakita, Y., und Yokoyama, Y. Bestimmung von Aluminium in Eisen und Stahl 374. — Siehe auch Gotô, H.
Kalitejevskij, N. I., siehe Zajdel, A. N.
Kamp, W. Trennung von Alkaloiden in einigen pflanzlichen Arzneimitteln und ihren Präparaten 141
Kannuluik, V. G., und Martin, L. H. Wärmeleitfähigkeitszelle 48
Kapron, M., und Hehman, P. Bestimmung von Molybdän 64
Karrman, K. J., und Johansson, G. Titration von Phenolen in nichtwäßrigen Lösungen 237
Kassner, J. L., und Ozier, M. A. Bestimmung von Aluminium in Eisen und Stahl 374
Kato, I., siehe Fukushima, S.
Kaufman, J. J., siehe Sass, S.
Kaufmann, H. P., und Halpern, H. D. Jodzahlbestimmung 388/89
Kávai, M. Zs., siehe Almássy, Gy.
Kazačkova, F. S., siehe Fogelson, E. I.
Keilin, D., und Hartree, E. F. Herstellung von Tricalciumphosphatgel 463
Keily, H. J., siehe Leonard, G. W.
Keirs, R. J., Britt jr., R. D., und Wentworth, W. E. Phosphorimetrie 363
Keller, W., und Weiss, F. Bestimmung von Ephedrin und anderen Basen mit Hilfe von Natriumtetraphenyloborat 395
Kellner, Á., siehe Szekeres, L.
Kemp, J. W. Übersicht über die Instrumentation für schnelle spektrochemische Analysen 199
Kepner, R. E., siehe Ikeda, R. M., sowie Ng, H.
Keutman, E. H., siehe Zaffaroni, A.
Khalifa, H. Fast Grey R. A. as a New Colorimetric Reagent. Part II. Spectrophotometric Microdetermination of Copper 103 [Or]. — Siehe auch Issa, I. M.
Khalifa, H., und Farag, A. Fast Grey R. A. as a New Colorimetric Reagent. Part III. Microdetermination of Vanadium 109 [Or]
Khalifa, H., und Zaki, M. R. Fast Grey R. A., ein neues colorimetrisches Reagens I. Teil. Spektrophotometrische Mikrobestimmung von Zirkonium 1 [Or]
Kibardin, S. A., und Davydova, T. N. Turbidimetrische Titration von Blutserumproteinen mit Schwermetallsalzen 154
Kidd, D. A. A., und Scott, P. G. W. Bestimmung des Reserpingehaltes in Rauwolfiawurzel 397
Kiermeier, F., und Vogt, F. Xanthindehydrasebestimmung in Milch 448. — Siehe auch Seuss, A.
Kiernan, J., siehe Sass, S.
Kindervater, F., siehe Scholder, R.
King, E. L., und Walter, R. R. Trennung von Metallkomplexen mit Hilfe von Ionenaustauschern 363
Kinnunen, J., und Merikanto, B. Photometrische Bestimmung von Kupfer und Nickel mit Thiosemicarbazid 282
Kinnunen, J., und Wennerstrand, B. Bestimmung von Wismut in metallurgischen Erzeugnissen 53
Kinoshita, J. H., und Ball, E. G. Darstellung der γ-Glutaminyltranspeptidase aus Rinderniere 160
Kinoshita, S., siehe Hozumi, K.
Kirchner, J. G., Prater, A. N., und Haagen-Smit, A. J. Reinigung von p-Phenylacylestern 229
Kirchner, J. G., und Stanley, W. L. Automatischer Federmechanismus zum Verschließen von Reagensgläsern 122
Kirsten, W. J. Photometrische Bestimmung von Elementen oder Gruppen, die sich nicht direkt photometrisch bestimmen lassen 41
Klaus, H. Bestimmung von 8-Hydroxychinolin-Kaliumsulfat in Salben und Suppositorien 395
Kleimenova, V. M., siehe Timofeeva, E. A.
Kleinstein, A., siehe Papafil, E.
Klejner, K. E., siehe Babko, A. K.
Klement, R., siehe Sansoni, B.
Kljačko, Ja. A., und Šapiro, M. M. Bestimmung von Titannitrid im Stahl 63
Knight, H. S., und Groennings, S. Bestimmung kleiner Mengen von verschiedenen Kohlenwasserstoffen in Leichtölen oder Petroleumdestillaten 387
Kobayashi, M. Apparatur zur elektrophoretischen Trennung und Bestimmung von Riboflavinnucleotiden 158

Koch, O. G., siehe Meyer, S.
Koch, W., und Malissa, H. Kohlenstoffbestimmung in Grauguß, Stahl und anderen Proben 61. — Apparatur zur Bestimmung von Kohlenstoff im Stahl 66
Kodama, K. Gravimetrische Bestimmung von Vanadinsäure als Wismutvanadat 133
Kodama, M., siehe Tanaka, N.
Körbl, J. Verwendung des Zersetzungsproduktes von Silberpermanganat in der Elementaranalyse 222. — Siehe auch Šatava, V.
Körbl, J., Kraus, E., Jančik, F., und Přibil, R. Prüfung von Metallfarbindicatoren 209
Körbl, J., und Přibil, R. Metallfarbindicatoren 209. — Einige neue Metallfarbindicatoren 210. — Xylenolorange als Metallfarbindicator 210
Körbl, J., Přibil, R., und Emr, A. Xylenolorange als Metallfarbindicator 210
Kohn-Abrest, E. Bestimmung des Blutalkohols 317
Kolšek, J. Quantitative Bestimmung und Charakterisierung der wasserunlöslichen Mutterkornalkaloide 145, 146
Kolthoff, I. M. Verlauf von Stromspannungskurven 117
Kolthoff, I. M., und Bruckenstein, S. Acidimetrische Titrationen in wasserfreier Essigsäure 367
Kolthoff, I. M., und van Dijk, H. C. Herstellung von Kaliumtetrarhodanomercurat(II) 126
Kolthoff, I. M., und Johnson, R. A. Amperometrische Bestimmung kleiner Mengen Quecksilber(II) mit Tetraphenylarsoniumchlorid 286
Kononenko, L. I., siehe Poluektov, N. S.
Kopylova, E. A., siehe Korosteleva, M. M.
Korenman, I. M., Šejanova, F. R., Mezina, N. M., und Ostaševa, M. I. Extraktionsverfahren der radiometrischen Titration 207
Kornhauser, A., und Perpar, M. Mikroskopische Untersuchung von Ergothionein 397
Korosteleva, M. M., Kričmar, S. I., Kopylova, E. A., und Korotyč, A. K. Bestimmung von Öl in Industrielösungen von Ammonsalpeter 384
Korotyč, A. K., siehe Korosteleva, M. M.
Korst, D. R., siehe Lorenz, T. H.
Koršun, M. O., Gelman, N. E., und Glazova, K. I. Gleichzeitige Mikrobestimmung von Kohlenstoff, Wasserstoff und Fluor in organischen Substanzen 441
Koršun, M. O., und Ševeleva, N. S. Bestimmung von Kohlenstoff, Wasserstoff und Schwefel in organischen Verbindungen 216. — Siehe auch Gelman, N. E.
Korte, F., siehe Jordan, C.
Kouba, E. F., siehe Gindin, L. M.
Kovalenko, P. N., siehe Ivanova, S. I.
Kozlov, A. S. Bestimmung von Kalium 124
Kráčmar, J. Polarometrische Bestimmung von 3,4-(1′,3′-Dibenzyl-2′-ketoimidazolido)-1,2-trimethylen-thiophenium-D-camphersulfonat 400
Krampitz, G., siehe Müller, R.
Krath, E., siehe Zörner, A.
Kraus, E., siehe Körbl, J.
Krekeler, E., siehe Baum, F.
Kremer, V. A., und Vail, E. I. Potentiometrische Bestimmung von Metallen als Sulfiden unter Verwendung von Indicatorelektroden aus natürlichen Mineralien 31
Kreškov, A. P., Sjavcillo, S. V., und Šemjatenkova, V. T. Siliciumbestimmung in siliciumorganischen Verbindungen 221
Kričmar, S. I., siehe Korosteleva, M. M.
Krupička, J., siehe Zuman, P.
Kruse, J. M., und Mellon, M. G. Stickstoffbestimmung im Stahl 375
Kruževnikova, A. I., siehe Afanasiev, B. N.
Krylov, A. Ja., siehe Starik, I. E.
Kuck, J. A., siehe Steyermark, A.
Kučmistaja, G. I., siehe Černichov, Ju. A.
Kudrnovská-Pavlíková, E., siehe Číhalík, J.
Kuether, C. A., siehe Roe, J. H.
Kumov, V. I., siehe Gusev, S. I.
Kuznecov, V. I. Organische Kollektoren zur Wismutbestimmung 59
Kuznecov, V. I., und Michailov, V. A. Neuer Indicator zur komplexometrischen Calciumbestimmung 284
Kuznecov, V. I., und Mjasojedova, G. V. Thalliumbestimmung in Silicaten 316
Kuznecov, V. I., und Papušina, L. I. Bestimmung kleiner Wismutgehalte

in Legierungen auf Chrom-Nickelbasis 59

Lacourt, A., und Heyndryckx, P. Ultramikrobestimmung von Kupfer nach papierchromatographischer Entwicklung 124. — Neue Methode zur direkten Bestimmung von Ultramikromengen von Zink auf Papier 285
Lacroix, S. Ausschütteln von Gallium als Oxinat in Chloroform 286
Land, J. E. Nephelometrische Messungen zur Bestimmung der Zusammensetzung von Metallchelaten 210
Landry, A. S. Polarographische Bestimmung von Benzol 236
Láng, B., und Tavaszy, L. Titration of Amidopyrine in non Aqueous Solvents 339 [Or] — siehe auch Bakács-Polgár, E.
Langejan, M., und Liefferink, H. F. L. Papierchromatographische Trennung von Reserpin und seinen Abbauprodukten 147
Langford, C. H., siehe Lingane, J. J.
Langford, K. E. Die Analyse galvanischer Bäder und anderer Lösungen zur Oberflächenbehandlung von Metallen 45 [L]
Lapière, Ch., siehe Stainier, C.
Larsson, L., und Hansen, B. Automatisches potentiometrisches Titriergerät 119
Lassner, E., und Schlesinger, H. Zur indirekten maßanalytischen Bestimmung des Molybdäns mit Äthylendiamintetraessigsäure 195 [Or]
Lauber, K., siehe Edman, P.
Lazarow, A., siehe Patterson, J. W.
Leandro-Montes, A. Bestimmung von Nipagin und anderen Estern der p-Hydroxybenzoesäure in Arznei- und Lebensmitteln 78
Lear, J. B., und Mellon, M. G. Stickstoffbestimmung in Stahl 375
Lederer, E., siehe Fromageot, C.
Lederer, M., siehe Reid, R. L.
Lees, K. A., siehe Simpson, J. S.
Lenz, M., siehe Acker, L.
Leonhard, G. W., Keily, H. J., und Hume, D. N. Bestimmung von Cer(III) durch Titration mit Hexacyanoferrat(III)-lösung 288
Leonov, B. I. Jodometrische Bestimmung von Jodidionen 135
Leušina, I.K., siehe Teodorovič, I.L.
Levi, L., und Hubley, Ch. E. Untersuchung von Barbitursäurederivaten 75
Lewis, B. Präparierung von Papier zur quantitativen Trennung von Corticosteroiden 462
Lhoest, W. Spektrophotometrische Analyse von Vitamin B_1 314
Liberti, A., und Cervone, E. Bestimmung von Mercaptobenzthiazol 367
Lidzey, R. G., siehe Sergeant, G. A.
Liefferink, H. F. L., siehe Langejan, M.
Liggett, L. M., Bestimmung von organisch gebundenem Halogen 392
de Lil, M., siehe Bouillon, F.
Lilie, H., und Sturzebecher, B. Verfahren zur photometrischen Bestimmung von Aluminium in Stahl 60
Lilova, O. M., siehe Preobraženskij, B. K.
Lindenbaum, A., siehe Schubert, J.
Linder, A., und Persson, V. Bestimmung von Harzsäuren in Gemischen mit Fettsäuren 459
Lindner, C., siehe Pomeranz, J.
Ling, N. R. Untersuchung von Peptiden 155
Lingane, J. J., Langford, C. H., und Anson, F. C. Coulometrische Bestimmung von Jodid 293
Lipis, L. V., siehe Zajdel, A. N.
Lisicina, E. V., siehe Ljach, A. I.
Liu, J. Ch.-I. PAN-Indicator in der Chelatometrie 10
Ljach, A. I., Lisicina, E. V., und Šisterova, S. N. Polarographische Bestimmung von Kupfer, Zink, Blei und Cadmium in Erzen, Staub aus Röst- und Schmelzöfen, Konzentraten und ähnlichem 378
Ljalikov, Ju. S., siehe Bardin, M. B.
Loehr, B. F., siehe Brooks, A. A.
Long, C. Reagens auf Brenztraubensäure 149
Lorenz, T. H., Korst, D. R., Simpson, J. F., und Musser, M. J. Bestimmung von Lysozym 155
Low jr., G. W., siehe Furman, N. H.
Lüdy-Tenger, F. Mikrochemische Reaktionen auf organische Gruppen 77. — Siehe auch Rosenthaler, L.
Lydersen, D., und Gjems, O. Chelatometrische Bestimmung von Eisen(III) 9

Ma, T. S., und Gwirtsman, J. Mikrobestimmung von Fluor in organischen Verbindungen 220
Macarovici, C. Gh. Konduktometrische Titration von Sulfonamiden in nichtwäßriger Lösung 78

McCarthy, T. E., und Sullivan, M. X. Reaktion auf Aminosäuren 152
McCoy, F. A., siehe Engelbrecht, R. M.
McCoy, R. N., und Bastin, E. L. Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Fluorverbindungen 215
McCready, R. M., und McHassid, W. Z. Apparatur zur nassen Verbrennung organischer Substanzen 69. — Siehe auch Gee, M.
McCune, H. W., siehe Quimby, O. T.
McDonald, E. J. Quantitative papierchromatographische Bestimmung von Glucose in Zuckergemischen oder in Honig 300
Macek, K., Semonský, M., Vaněček, S., und Černý, A. Papierchromatographische Auftrennung der Mutterkornalkaloide 145
Macek, K., und Vaněček, S. Quantitative Mikrobestimmung von Mutterkornalkaloiden in einzelnen Sklerotien 144. — Trennung von Mutterkornalkaloiden 145
McHassid, W. Z., siehe McCready, R. M.
Macheboeuf, M., siehe Munier, R.
Mackanova, M.A., siehe Vanag, G. Ja.
McKaveney, J. P., und Freiser, H. Colorimetrische Bestimmung von Molybdän in Eisenlegierungen 64
McKennnell, R. Viscosimeter mit konischen Platten 121
MacLeod, J. A., siehe Thomas, M. D.
McRoe, C. S., siehe Mitchell, B. W.
Magerlein, B. J., siehe Shellman, V. R.
Mair, B. J., Marculaitis, W. J., und Rossini, F. D. Auftrennung der Kohlenwasserstofffraktionen von Erdöl 387
Majumdar, A. K., und Chakrabartty, M. M. Elektrochromatographische Trennung anorganischer Ionen 205
Majumdar, A. K., und Mukherjee, H. G. Papierelektrophoretische Trennung von Ionen 205
Malát, M., und Suk, V. Anwendung von Brenzcatechinsulfophthalein in der colorimetrischen Analyse 41
Malissa, H., siehe Koch, W.
Malmstadt, H. V., Fett, E. R., und Winefordner, J. D. Potentiometrische Schnellbestimmung von Chlorid in Titanschwamm 58. — Siehe auch Blaedel, W. J.
Maltseva, N. N., siehe Šachova, Z. F.
Mann, Ch. K., und Yoe, J. H. Spektralphotometrische Magnesiumbestimmung 126
Manning, D. L., siehe Menis, O.
Manochin, B., Kakabadse, G. J., und Crowder, M. M. Verbesserte Endpunktsbestimmung bei jodometrischen Titrationen 37
Mapper, D., siehe Gregory, J. N.
Marculaitis, W. J., siehe Mair, B. J.
Margerum, J. D., siehe Black, E. D.
Marini-Bettòlo, G. B., und Coch Frugoni, J. Elektrophoretische Wanderweiten von Alkaloiden 141
Markland, J., und Shenton, F. C. Polarographische Bestimmung von Zinn in Lebensmitteln 296
Markova, L. V., siehe Babko, A. K.
Marquardt, P., Schumacher, H., und Vogg, G. Nachweis von Acetylcholin neben Cholin 233
Marti, M., und Heusser, H. Bestimmung von Oestradiol und Oestron 462
Martin, A. J. Potentiometrische Titration von Hydroperoxyden und Persäuren in wasserfreiem Äthylendiamin 224
Martin, L. H., siehe Kannuluik, V. G.
Martin, R. S. Mikrobestimmung von Blutzucker ohne Reduktion 156
Mašek, J., siehe Černá, E.
Mašovec, V. P., und Zacharov, H. L. Analytische Bestimmung der Kohlenstofffluoride in den Anodengasen des Aluminiumbades 48
Master, I., siehe Hanker, J. S.
Matsuoka, Y., siehe Yagi, K.
Matsuyama, G. Bestimmung von Wasser in Methan- und Äthanthiol 455
Matthias, W. Streifenpapierchromatographie 448
Mattison, L. E., siehe Hanker, J. S.
Maurice, M. J. Einige Beispiele der Verwendung statistischer Methoden in der analytischen Chemie 271 [Or]. — Die Bestimmung des Gesamtschwefels in Viscose 410 [Or]
Mavrodineanu, R., und Gwirtsman J. Mikrobestimmung von Fluor in organischen Verbindungen mit Filterphotometer 220
Maxwell, P. M., siehe Sallee, E. M.
Mayer, B., siehe Bobtelsky, M.
Mayer, F. X., siehe Derkosch, J.
Mázor, L. Gleichzeitige Bestimmung von Kohlenstoff, Wasserstoff und

Fluor in organischen Substanzen 440. — Direkte Sauerstoffbestimmung in fluorhaltigen organischen Verbindungen 217. — Sauerstoffbestimmungsapparatur 217
Mehlich, A. Bestimmung der Sorption im Boden 239
Mehrotra, R. C., siehe Tandon, J. P.
Meijst, M., siehe van Arkel, C. G.
Mellon, M. G., siehe Kruse, J. M., sowie Lear, J. B.
Melpolder, F. W., siehe Sallee, E. M.
Mendel, B., und Bauch, M. Bestimmung von Blutzucker 156
Menis, O. Ball, R. G., und Manning, D. L. Bestimmung von Quecksilber(II) 286
Menis, O., House, H. P., und Rains, T. C. Flammenphotometrische Bestimmung von Halogeniden 134
Menis, O., House, H. P., und Rubin, I. B. Bestimmung von äthylendiamintetraessigsaurem Natrium 36
Menke, K. H. Qualitative Vorbestimmung von Aminosäuren in Eluaten 151
Merikanto, B., siehe Kinnunen, J.
Metzger, A. Bestimmung der Trockensubstanz und des Stärkegehaltes von Kartoffeln 301. — Siehe auch Gisinger, L.
Meyer, O. Anwendung der Schaumkraftzahl zur Beurteilung von Zahnreinigungsmitteln 74
Meyer, S., und Koch, O. G. Maßanalytische Bestimmung von Arsen als Chinolinarsenmolybdat 434 [Or]
Mezina, N. M., siehe Korenman, I. M.
Michailov, V. A., siehe Kuznecov, V. I.
Michailova, Je. S., und Brin, G. P. Spektrophotometrische Bestimmung der Dehydrogenase-Aktivität in grünen Suspensionen 320
Michal, J., und Zýka, J. Tetraäthylthiuramdisulfid als analytisches Reagens 364
Michelsen, O. B. Photometrische Bestimmung des Phosphors als Molybdato-Vanadatophosphorsäure 132
Middleton, F. M., siehe Sallee, E. M.
Mierau, H.-J. Gewinnung eines möglichst kleinen Startfleckens in der Papierchromatographie 205
Miller, C. E., siehe Hamarneh, S. K.
Mills, E. V. Bestimmung von organischem Kohlenstoff 51
Mills, M. B., siehe Roe, J. H.
Milner, G. W. C., und Edwards, J. W. Bestimmung des Urangehaltes von metallurgischen Legierungen 54. — Siehe auch Bacon, A.
Mirbadaleva, A. I., siehe Chadejev, V. A.
Mirna, A., siehe Grau, R.
Mital, V. K., und Mühlemann, E. Papierchromatographische Trennung der Aconitalkaloide 147
Mitchell, B. W., Haugas, E. A., und McRoe, C. S. Bestimmung von Isoniazid neben PAS-Natrium in pharmazeutischen Präparaten 80
Mitra, S. N. Bestimmung des Eiweißgehaltes in Fleisch und Leber 309
Mitsui, T., und Sato, H. Mikrobestimmung von Halogenen 218
Miyake, T., siehe Kakemi, K.
Mizutani, Y. Abtrennung und Bestimmung von Sulfat in Grundwasser 51
Mjasojedova, G. V., siehe Kuznecov, V. I.
Mochov, L. A., und Demidov, A. V. Bestimmung von Kohlenoxyd in der Luft mit Indicatorröhren 47
Mohrschulz, W. Papierchromatographische Differenzierung von Schlafmitteln im Harn 317
Moore, S., und Stein, W. H. Bestimmung von Aminosäuren 151
Moore, W. A., und Ettinger, M. B. Analyse industrieller Abwässer 49
Moores, R. G., siehe Shallenberger, R. S.
Moračevskij, Ju. V., und Beljajeva, L. I. Spektrophotometrische Untersuchung wäßriger Lösungen des fünfwertigen Vanadiums 133
Moran, J. J., siehe Steyermark, A.
Morgan, J. F., siehe Pasieka, A. E.
Mori, M., Shibata, M., und Nanasawa, M. Trennung von isomeren Metallkomplexen mit Hilfe von Ionenaustauschern 363
Mori, S., siehe Ota, K.
Móritz, P., siehe Bitskei, J.
Morris, A. G. Absorptiometrische Bestimmung von Quecksilber 128
Morris, G., siehe Bett, N.
Morris, N. J., siehe Dieckert, J. W.
Morris, R. J., siehe Seim, H. J.
Morrison, M., siehe Eccleston, B. H.
Morse, R. E., siehe Suzuki, J. I.
Mossel, D. A. A. Nachweis von Konservierungsmitteln in Marmelade 312

Motorkina, R. K. Stabilität von Heteropolysäuren des Germaniums 129. — Siehe auch Šachova, Z. F.
Mottier, M. Bestimmung von Farbstoffen durch Extraktion und Chromatographie 447
Mühlemann, E., siehe Mital, V. K.
Müller, F. W. Serienmäßige Bestimmung des pflanzenverfügbaren Bors im Bodens 240
Müller, R., und Krampitz, G. Chromatographie von Aminosäuren auf Ionenaustauschersäulen 151, 152
Mukaewaki, K. Analyse von Eisenbeizlösungen 67
Mukherjee, H. G., siehe Majumdar, A. K.
Mukherjee, S., und Srivastava, H. C. Chromatographische Bestimmung von Zuckern 235
Munier, R., und Macheboeuf, M. Papierchromatographische Technik 147
Munro, J., siehe Reeves, R. E.
Musser, M. J., siehe Lorenz, T. H.

Nachmanovič, B. M., und Prjanišnikova, N. A. Analyse der Gemische von Aceton, Butanol und Äthanol 229
Nahme, H., siehe v. Vogel, H. U.: Chemikerkalender 30 [L]
Nanasawa, M., siehe Mori, M.
Napier, K. H., siehe Anderson, J. R.
Nazarenko, V. A., und Vinkoveckaja, S. Ja. Vanadometrische Bestimmung von Metallen in Form ihrer Dibromhydroxychinolate 38
Nelson, K. H., Grimes, M. D., Smith D. E., und Heinrich, B. J. Bestimmung geringer Kohlenoxydmengen in gasförmigen Kohlenwasserstoffen 48
Németh, A., siehe Bodánszky, A.
Nemirovskaja, Je. M., siehe Ščipakina, N. K.
Nepraš, M., siehe Jureček, M.
Nesh, F., und Haas, E. C. Analyse von Beizbädern für Aluminium 67
Nessonova, G. D., und Pogosjanc, E. K. Farbreaktion des zweiwertigen Kobalts 136
Nessonova, G. D., und Turkovskaja, D. V. Argentometrische, mercuri- und mercurometrische Titration von Chlorion 135
Neuber, R., siehe Bunge, W.
Neuberger, A., und Schöffmann, E. Bestimmung von Aluminium in Stahl 61. — Siehe auch Werz, W.
Neuenschwander, P., und Peltonen, R. J. Aufbau und Wirkungsweise eines Spezialtrockenschrankes für Papierchromatogramme 205
Neuninger, H., siehe Derkosch, J.
Ng, H., Webb, A. D., und Kepner, R. E. Nachweis geringer Mengen organischer Säuren 229
Nicolas, L., und Burel, R. Colorimetrische Bestimmung von α-Naphthol in β-Naphthol und Analyse von technischem Metaparakresol 457
Nield, C. H., Russell, W. C., und Zimmerli, A. Colorimetrische Bestimmung von Bestrahlungsprodukten von Vitamin D 450
Nikonova, M. P., siehe Poluektov, N. S.
Nilus, E. L., siehe Ryss, I. G.
Niselson, L. A. Trennung von Zirkonium und Hafnium 130
Nobile, S., siehe Isler, O.
Nock, W., siehe Bett, N.
Nordlander, B. W. Bestimmung von Quecksilber 46
North, A. A. Bestimmung von Wolfram und Molybdän im Boden 69
Norton, Ch. L., siehe Owens, W. H.

Obolencev, R. D., Aivasov, B. V., und Ratovskaja, A. A. Polarographische Bestimmung von elementarem Schwefel in Rohölen und Naphthaprodukten 391
Ockermann, L. T. siehe Schreyer, J. M.
Oesterling, M. J., siehe Roe, J. H.
Ogg, C. L., siehe Steyermark, A.
Oiwa, I. T., siehe Tanaka, N.
Opel, P. H., siehe Ardelt, H. W.
Osborne, J. S., Adamek, S., und Hobbs, M. E. Zusammensetzung von Zigarettenrauch 73
Ostaševa, M. I., siehe Korenman, I. M.
Ota, K., und Mori, S. Bestimmung geringer Bleimengen in Zinn und Zinnlegierungen 373
Otozai, K., siehe Fukushima, S.
Ottosson, R., und Snellman, O. Bestimmung von Schwefel in organischen Substanzen 439
Otvos, J. W., siehe Deal, C. H.
Owe, A. W. Bestimmung von Zinn 296
Owens, W. H., Norton, Ch. L. und Curtis, J. A. Schnelle spektrophotometrische Bestimmung von Vanadium in Titantetrachlorid und in Titanlegierungen 374
Ozier, M. A., siehe Kassner, J. L.

Page, I. H., siehe Twarog, B. M.
Page, J. A., Simpson, D. H., und Graham, R. P. Polarographische Aluminiumbestimmung in Zink-Spritzgußlegierungen 372
Page, J. E. Infrarotspektroskopie zur Identifizierung von Steroiden 461
Pagliassotti, J. P. Spektrochemische Analyse von Stahl mit rotierender Elektrode 60
Pallaud, R. Bilanzstudien der Gärung mit Bacterium coli 160
Pantony, D. A., siehe Blair, A. J.
Papafil, E., Papafil, M., Ralea, R. und Kleinstein, A. o-Aminobenzaldoxim zur colorimetrischen Bestimmung von Kupfer 282
Papafil, M., siehe Papafil, E.
Papušina, L. I., siehe Kuznecov, V. I.
Paris, R., und Faugeras, G. Elektrophoretische Bestimmung der Hyoscyamus-Alkaloide 143
Pâris, R. A., siehe Bocquet, G.
Pařízková, H., siehe Doskočil, J.
Parker, A., siehe Booth, E.
Parsons, J. S., Seaman, W., und Amick, R. M. Meßmotor für coulometrische Bestimmungen 294
Pascal, S., siehe Dubost, P.
Pasieka, A. E., und Morgan, J. F. Bestimmung von Phenylalanin neben anderen Aminosäuren auf Papierchromatogrammen 318
Pasvik, M. A., siehe Starik, I. E.
Patterson, J. W., und Lazarow, A. Bestimmung von Glutathion 160
Paulson, S. Schwefelbestimmung in organischen Substanzen 439
Peattie, C. G., siehe Fritts, B. K.
Pekkarinen, A., und Pitkänen, E. Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin 460
Peltonen, R. J., siehe Neuenschwander, P.
Peltzer, J. Papierchromatographische Verfahren zur Lebensmittelkontrolle 445
Perpar, M., siehe Kornhauser, A.
Persson, V., siehe Linder, A.
Peschanski, D. Spektrophotometrische Bestimmung von Thallium 128
Petek, F., siehe Desjobert, A.
Peterson, D. T., und Beerntsen, D. J. Bestimmung von Sauerstoff und Stickstoff in Lanthan 370
Peterson, R. E., siehe Pierce, Ch. E.
Pettit, J., siehe Bachman, C.
Pfeffer, P. Bestimmung austauschbarer Basen 238
Pfeil, E., Friedrich, A., und Wachsmann, Th. Qualitative anorganische Analyse mittels Papierchromatographie, Trennungsgang der gebräuchlichen Kationen 429 [Or]
Pfeil, E., und Goldbach, H.-J. Bestimmung von Äthanol und Nachweis von Alkohol im Blut 149
Pfister, A., siehe Vignoli, L.
Pfrengle, O. Die Papierchromatographie der kondensierten Phosphate 81 [Or]
Philippe, R. J., und Hobbs, M. E. Untersuchung einiger Komponenten der Gasphase von Zigarettenrauch 72
Piatti, L., siehe Gremminger, J.
Pien, J. Apparatur zur Zerstörung organischer Substanzen 222.
Pierce, Ch. E., und Peterson, R. E. Kontinuierlich arbeitender Extraktionsapparat für Flüssigkeiten 121
Pinta, M., und Bove, C. Flammenspektrophotometrische Analyse im pflanzlichen Bereich 459
Piron, J., siehe Bouillon, F.
Pitkänen, E. Fluorimetrische Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin im Harn 460. — Siehe auch Pekkarinen, A.
Pöhm, M., und Fuchs, L. Papierchromatographische Bestimmung von Mutterkornalkaloiden 146
Pöhm, M., und Weiser, R. Nachweis von Desoxyzuckern auf Papierchromatogrammen 235
Pogosjanc, E. K., siehe Nessonova, G. D.
Pokorný, J., siehe Sekera, A.
Polčin, J. Titration von Äthylendiamintetraacetat mit Quecksilber(II)-salz 456
Poljak, L. Ja., siehe Kabanov, B. N.
Poluetkov, N. S., Kononenko, L. I., und Nikonova, M. P. Empfindlichkeit und Spezifität der flammenphotometrischen Lithiumbestimmung 281
Pomeranz, J., und Lindner, C. Bestimmung der Mehlqualität 302
Porter, G., siehe Gahler, A. R.
Potter, G. V. Herstellung von Reagenslösungen für Silicium 57
Potterat, M., und Eschmann, H. Filterkolben 447
Prater, A. N., siehe Kirchner, J. G.
Preisler, E., siehe Ziegler, M.
Preobraženskij, B. K., Lilova, O. M., Dobronravova, A. N., und Teterin, J. D. Trennung der Seltenen Erden durch Ionenaustausch 128

Prescott, B. E., siehe Jaycox, E. K.
Přibil, R., siehe Kakáč, E., sowie Körbl, J.
Pridham, J. B. Colorimetrische Bestimmung von Zuckern auf Papierchromatogrammen 234
Prinz, I., siehe Schober, R.
Prjanišnikova, N. A., sowie Nachmanovič, B. M.
Proffitt, P. M. C., siehe Chirnside, R. C.
Proszt, J., und Györbiró, K. Polarographische Untersuchung von Trink- und Gebrauchswässern 315, 316
Pšenicyn, N. K., und Ivonina, O. M. Gravimetrische Bestimmung von Palladium 136
Pungor, E., siehe Schulek, E.
Purr, A. Untersuchung von Fetten 447
Putnin, Ja. K., siehe Sauka, Ja. Ja.

Quimby, O. T., und McCune, H. W. Trennung von Ortho-, Pyro- und Triphosphat 291

Rains, T. C., siehe Menis, O.
Ralea, R., siehe Papafil, E.
Ramakrishnan, C. V., siehe Sathe, V.
Rao, N. A. N., siehe Giri, K. V.
Rasmus, R., siehe Rohrlich, M.
Ratner, A. P., siehe Starik, I. E.
Ratovskaja, A. A., siehe Obolencev, R. D.
Rauscher, K., siehe Ardelt, H. W.
Reeves, R. E., und Munro, J. Anilinacetat-Fufurolverfahren zur Bestimmung von Pentosen 236
Rehm, C., siehe Higuchi, T.
Reichelt, J. Papierchromatographische Identifizierung und Trennung pharmazeutisch gebrauchter Alkaloide 144
Reichert, R., siehe Gamsjäger, H.
Reid, R. L., und Lederer, M. Bestimmung der Fleckengröße auf Papierchromatogrammen 319
Reilley, C. N., Adams, R. N., und Furman, N. H. Netzgerät für coulometrische Titrationen 294. — Siehe auch Hildebrand, G. P., sowie Schmid, R. W.
Rein, J. E., siehe Booman, G. L.
Reineke, L. M. Papierchromatographische Bestimmung von Steroiden 461
Reišachrit, L. S., und Suchobokova, N. S. Amperometrische Titration von Gold mit Hydrochinonlösung 380
Reiser, R., siehe Dieckert, J. W.
Reuther, F. W., siehe Thies, H.
Reuther, K. H., siehe Bayer, E.
Revel, J. P., siehe Ball, E. G.
Richard, M. J., siehe Fritz, J. S.
Richter, J. Arbeitsvorschriften für das Pulfrich-Photometer 31 [L]
Richter, K. M. Meßgefäß für p_H-Messungen aus Plexiglas 206
Riedel, R. Darstellung von Tribromanilin 154
Rieman III., W., siehe Sargent, R.
Rinck, E., und Feschotte, P. Spektralphotometrische Bestimmung von Gallium mit Aluminon 286
Rindi, G., und Ferrari, G. Photometrische Bestimmung kleinster Mengen Brenztraubensäure im Blut 149
Risk, J. B., und Strickland, J. D. H. Bestimmung kleiner Mengen Thiosulfat in Gegenwart anderer Schwefelsäuren 291
Rivot, L. E. Abtrennung und Bestimmung von Kupfer als Kupfer(I)-rhodanid 450
Rjabčikov, D. I., Beljajeva, V. K., und Jermakov, A. N. Anwendung der Phytinsäure in der analytischen Chemie des Thoriums 131
Robbins, R. C., siehe Thomas, M. D.
Roberts, E., siehe Bregoff, H. M.
Roberts, E. C., und Snell, E. E. Bestimmung von Pantothensäure 315
Robinson, J. W., siehe Hourigan, H. F.
Robles, M. A. Schema zum Nachweis einiger Barbitale 77
Rodnight, R. Trennung und Charakterisierung von Harnindolen 157
Roe, J. H., und Kuether, C. A. Bestimmung von Ascorbinsäure 464
Roe, J. H., Mills, M. B., Oesterling, M. J., und Damron, C. M. Bestimmung der Ascorbinsäure und ihrer oxydierten Formen in Gehirn und Cerebrospinalflüssigkeit 463
Roe, R. M., siehe Callinan, T. D.
Rogers, L. B., siehe Schwing, J. P.
Rogers, L. H., siehe Thomas, M. D.
Rohrlich, M., und Rasmus, R. Nachweis von γ-Aminobuttersäure in Weizen- und Roggenkeimen 301
Roich, I. L. Hochempfindliche Reaktion auf Wasserstoffperoxyd 122
Romans, J. B., siehe Callinan, T. D.
Rosell, R. A., siehe Feigl, F.
Rosen, M. J., und Goldfinger, G. C. Nachweis von oberflächenaktiven Alkylarylsulfonaten 458

Rosenberger, H. M., und Shoemaker, C. J. Quantitative Trennung und Bestimmung von Glykolgemischen durch azeotrope Destillation 231
Rosenthaler, L., und Lüdy-Tenger, F. Reaktion von 37 Alkaloiden und synthetischen Basen mit Kaliumfällungsmitteln 139
Ross, J., siehe Sallee, E. M.
Ross, L. U., und Blank, E. W. Bestimmung der aktiven Komponente von Reinigungsmitteln 458
Rossini, F. D., siehe Mair, B. J.
Rowley, G. R., siehe Sprince, H.
Roždestvenskaja, Z. B., siehe Songina, O. A.
Rozek, A., siehe Griffing, M. E.
Rubin, I. B., siehe Menis, O.
Rüdorff, W., und Zannier, H. Maßanalytische Kaliumbestimmung 226. — Bestimmung von organischen Basen mit Natriumtetraphenyloborat 395
Rüegger, A., siehe Stoll, A.
Runge, F., Behrends, J., und Ernst, A. Diaryl-disulfimide als Urtitersubstanzen 266 [Or]
Rusanov, A. K., und Alekseeva, V. M. Anwendung eines horizontalen Wechselstrombogens zur Spektralanalyse 380. — Siehe auch Alekseeva, V. M.
Russell, W. C., siehe Nield, C. H.
Ružička, E. Anwendung von Resazurin und seinen Derivaten als analytische Reagentien 365
Růžička, J., siehe Číhalík, J.
Ryss, I. G., und Nilus, E. L. Gewichtsanalytische Bestimmung der Alkalimetalle als Fluoborate 280

Šachova, Z. F., und Motorkina, R. K. Photometrische Germaniumbestimmung 129
Šachova, Z. F., Motorkina, R. K., und Maltseva, N. N. Bestimmung von Germanium neben großen Mengen Silicium, Eisen, Arsen und anderen Elementen 288
Sadek, F., siehe Flaschka, H.
Šafařík, L., und Bumba, W. Halbmikrobestimmung von Mutterkornalkaloiden 146
Safford, H. W., und Stragand, G. L. Mikrobestimmung von Halogenen in organischen Substanzen 218
Sakai, E., siehe Iritani, N.
Sakurai, H., und Awada, E. Nichtwäßrige Titration einiger Alkaloide 144
Sallee, E. M., Fairing, J. D., Hess, R. W., House, R., Maxwell, P. M., Melpolder, F. W., Middleton, F. M., Ross, J., Woelfel, W. C., und Weaver, P. J. Bestimmung von Alkylbenzolsulfonaten in Wässern 52
Salyer, D., und Sweet, T. R. Bestimmung kleiner Mengen Kobalt in Stahl und Nickellegierungen 65
Sandell, E. B., siehe Schneider jr., W. A.
Sandi, S., und Flanquart, G. Schnellbestimmung von Nitratstickstoff in Nitraten, Nitrocellulosen und in Sprengstoffen 454
Sanger, F. Bestimmung von Lysin 304
Sanik jr., L., siehe Bergmann, J. G.
Sansoni, B., und Baumgartner, L. Trennung von Phosphaten durch Papierelektrophorese. V. Hochspannungspapierelektrophorese kondensierter Phosphate und Metaphosphate 241 [Or]
Sansoni, B., und Klement, R. Analytische Trennung kondensierter Phosphate 241
Sant, B. R. Iodometric Estimation of Cerium(IV) by Arsenious Oxide 252 [Or]. — Ferricyanide-Iodometric Determination of Hydroxylamine 116 [Or]
Šapiro, M. M., siehe Kljačko, Ja. A.
Sargent, R., und Rieman III, W. Trennung von Glykolgemischen durch Ionenaustauschchromatographie 232
Sass, S., Kaufman, J. J., und Kiernan, J. Colorimetrische Bestimmung von 1-Naphthol in Aluminiumseifen 457
Šatava, V., und Körbl, J. Thermischer Zerfall von Silberpermanganat 222
Sathe, V., Dave, J. B., und Ramakrishnan, C. V. Spektralphotometrische Bestimmung von Menadion 139
Sato, H., siehe Mitsui, T.
Sauer, K.-H., siehe Fehér, F.
Sauka, Ja. Ja., und Putnin, Ja. K. Kaliumtetraborat als Urtitersubstanz in der Acidimetrie 38
Sautier, C. Qualitative und quantitative Bestimmung von Legierungskomponenten mit Hilfe der Röntgenstrahlenfluorescenz 53

Saxena, R. S. Electrometric Studies on the Composition of Mercurous Thiosulphate Complexes 24 [Or]
Saxena, S. C. Analyse von Edelgasgemischen 48. — Siehe auch Srivastava, B. N.
Schachtschabel, P. Extraktionsmethode zur Bestimmung von Magnesium im Boden 239
Schäfer, H., siehe Funk, H.
Schiffner, H., siehe Ballczo, H.
Schilt, A. A., und Smith, G. F. Spektrophotometrische Konstanten der Chelatkomplexe von 2,6-Bis-(4-phenyl-2-pyridyl)-4-phenylpyridin und 2,6-Bis-(6-phenyl-2-pyridyl)-4-phenylpyridin 43
Schindler, R., und Bürgin, A. Papierchromatographische Trennung der Mutterkornalkaloide 396
Schleicher, A. Verbesserungen der qualitativen Schnellanalyse 362
Schlesinger, H., siehe Lassner, E.
Schmid, L., siehe Woidich, K.
Schmid, R. W., und Reilley, C. N. Neues Komplexon für die Titration von Calcium neben Magnesium 285
Schmidts, W., und Baasch, D. Leitfähigkeitsgefäß in der Gasanalyse 61/62
Schneider, jr., W. A., und Sandell, E. B. Ausschütteln von Germanium aus stark salzsaurer Lösung 288
Schober, R., und Hetzel, H. Kennzeichnung und Bestimmung von Milchprodukten 303
Schober, R., und Prinz, I. Einfaches Verfahren zur Bestimmung des Lysingehaltes in Milch und Milchprodukten 304
Schöffmann, E., siehe Neuberger, A.
Schönherr, W. Leitfaden der Milchuntersuchung für Tierärzte und Studierende der Veterinärmedizin 316 [L]
Schöniger, W. Verbrennung organischer Substanzen 439. — Schwefelbestimmung in organischen Substanzen 439
Scholder, R., v. Bunsen, H., Kindervater, F., und Zeiss, W. Gasvolumetrische Bestimmung von Ferraten 294
Scholes, P. H. Eisenbestimmung in Erzen und Schlacken 383
Schrader, G., siehe Wollenberg, O.
Schreier, K., und Gaedtke, K. Trennung und Nachweis von Serotonin und anderen Indolkörpern 157. — Siehe auch Gaedtke, K.
Schreyer, J. M., Thompson, G. W., und Ockermann, L. T. Bestimmung von Ferrat 294
Schubert, J., Lindenbaum, A., und Westfall, W. Schnelle quantitative Abtrennung von Spuren Beryllium 283
Schüller, H., siehe Gunhold, P.
Schulek, E., Pungor, E., und Trompler, J. Neue Wege der Gasanalyse 362
Schultz, O. E., und Mitarb. Bestimmung von organischen Basen mit Natriumtetraphenyloborat 395
Schulze, A. Schnellmethode zur Silberbestimmung in photographischem Material mittels Differentialtitration 192 [Or]
Schumacher, H., siehe Marquardt, P.
Schwarz, G. Bestimmung des Wassergehaltes in Butter 305
Schwarzenbach, G. Bestimmung von Eisen(III)-Ionen mit Äthylendiamintetraessigsäure 7
Schweitzer, G. K., und Eldridge, J. S. Reproduzierbarkeit verschiedener Methoden zur Herstellung radioaktiver Präparate 207
Schwerdtfeger, E. Streifenpapierchromatographie 448
Schwing, J. P., und Rogers, L. B. Palladium-Wasserstoffelektroden als p_H-Indicatoren 368.
Ščipakina, N. K., Nemirovskaja, Je. M., und Senjavin, M. M. Bestimmung von Natrium und Kalium in Gläsern 386
Scott, F., siehe Weisz, H.
Scott, P. G. W., siehe Kidd, D. A. A.
Seaman, W., siehe Parsons, J. S.
Šedivec, V. Photometrische Bestimmung von Aceton und einigen anderen Methylketonen 228. — Polarographische Bestimmung von Benzol neben seinen Homologen 236
Seibold, R. Bestimmung kleiner Mengen Nitrit in Fischmehl 310
Šeidina, L. D., siehe Starik, I. E.
Seil, G. E. Bestimmung des Eisen(II)-gehaltes von Chromit oder anderen Spinellen 383
Seim, H. J., Morris, R. J., und Frew, D. W. Bestimmung von Uran in Erzen 381
Seitz, W., und Eberhard, W. Proteinbestimmung im Blut 303
Šejanova, F. R., siehe Korenman, I. M.

Sekera, A., und Pokorný, J. Koflersche Mikromethoden in der Arzneimittelanalyse 138
Šemjatenkova, V. T., siehe Kreškov, A. P.
Semonský, M., siehe Macek, K.
v. Sengbusch, R., siehe Jordan, C.
Senjavin, M. M., siehe Ščipakina, N. K.
Sergeant, G. A., Dixon, B. E., und Lidzey, R. G. Bestimmung von Quecksilber und Quecksilberverbindungen in der Luft 46
Sergienko, S. R., Galič, P. N., Izmajlov, N. A., und Spivak, L. L. Potentiometrische Bestimmung der Verseifungszahlen von Naphthateeren 388
Sergienko, S. R., Galič, P. N., und Spivak, L. L. Potentiometrische Bestimmung der Peroxydzahlen in Petroleumteer 389
Sergienko, S. R., Izmajlov, N. A., Spivak, L. L., und Galič, P. N. Bestimmung der Acidität von Erdöl 388
Séris, G. Nachweis von Aromen in Kaffee-Extrakten 447
Seuss, A., Kiermeier, F., und Brunner, F. J. Bestimmung des Wassergehaltes von Butter in Abhängigkeit von der Arbeitsweise 306
Ševeleva, N. S., siehe Koršun, M. O.
Shallenberger, R. S., und Moores, R. G. Bestimmung von reduzierenden Zuckern und Rohrzucker in Pflanzen und Nahrungsmitteln 300
Shaw, W. H. C., und Jefferies, J. P. Analyse der Bestrahlungsprodukte der Vitamin-D-Reihe 450
Shaw, W. H. C., Jefferies, J. P., und Holt, T. E. Bestimmung von Vitamin D neben verwandten Verbindungen 450
Sheim, A. V. Bestimmung von FeO in Mineralien 383
Shellman, V. R., und Magerlein, B. J. Automatischer Rührer 121
Shenton, F. C., siehe Markland, J.
Sherwood, R. M., siehe Chapman jr., F. W.
Shibata, M., siehe Mori, M.
Shigemoto, M., siehe Fukushima, S.
Shimoe, D. Reaktion aliphatischer Amine mit salpetriger Säure 224
Shoemaker, C. J., siehe Rosenberberger, H. M.
Shriner, R. L., und Fuson, R. C. Herstellung von p-Phenylphenacylestern 229
Sicher, J., siehe Zuman, P.
Siggia, S., siehe Stahl, C. R.
Simpson, D. H., siehe Page, J. A.
Simpson, J. F., siehe Lorenz, T. H.
Simpson, J. S., und Lees, K. A. Mikrobiologische Bestimmung von Penicillin in Futtermitteln 398
Singer, L., siehe Zipkin, I.
Singh, B., Singh, S., und Singh, H. Cer(IV)-di-(äthylendiamin)-sulfatlösung in der Maßanalyse 39
Singh, H., siehe Singh, B.
Singh, S., siehe Singh, B.
Sinnhuber, R. O., siehe Yu, T. C.
Šisterova, S. N., siehe Ljach, A. I.
Sjavcillo, S. V., siehe Kreškov, A. P.
Sjöquist, J., siehe Edman, P.
Sloane-Stanley, G. H. Bestimmung von Ascorbinsäure und ihren oxydierten Formen in Gehirn und Cerebrospinalflüssigkeit 463
van Slyke, D. D., und Folch, J. Nasse Oxydation organischer Substanzen 69
Šmíd, M., siehe Kakáč, B.
Smith, D. E., siehe Nelson, K. H.
Smith, F., siehe Abdel-Akher, N.
Smith, G. F., siehe Schilt, A. A., sowie Wilkins, D. H.
Smith, H. M., siehe Eccleston, B. H.
Smith, V. N., siehe Deal, C. H.
Smolelis, A. N., und Hartsell, S. E. Untersuchung von Lysozym aus frischem Eiklar 155
Snell, E. E., siehe Roberts, E. C.
Snellman, O., siehe Ottosson, R.
Snyder, L. J., siehe Griffing, M. E.
Sogani, N. C., und Bhattacharyya, S. C. Neue Reagentien für Kupfer, Nickel und Titan 125
Sokolova, Je. V., siehe Gusev, S. I.
Sokolova, N. V. Gleichzeitige Bestimmung von Kohlenstoff, Wasserstoff und Schwefel in organischen Verbindungen 216
Soliman, A., siehe Flaschka, H.
Solomon, J. B., siehe Boyland, E.
Solov'eva, Z. V., siehe Tabakova, E. G.
Solymosi, F. Analytische Anwendung der durch Osmiumtetroxyd katalysierten Reaktion von Natriumarsenit mit Hexacyanoferrat(III) 212
Songina, O. A., und Roždestvenskaja, Z. B. Polarographische Reduktion von Permanganat an Platin- und Quecksilberelektroden 136

de Sousa, A. Komplexometrische Bestimmung von Molybdän 195
Spacu, G., und Dick, J. Bestimmung von Kupfer 379
Spacu, G., und Gheorghiu, C. Kupfer- und Molybdänbestimmung in Mineralien, Molybdänkonzentraten und Ferromolybdän 379
Specker, H., siehe Hartkamp, H.
Speight, K., und Gill, G. M. Vakuumschmelzapparatur zur Bestimmung von Gasen in Eisenmetallen 60
van der Spek, J., und Ten Have, J. Bestimmung des austauschbaren Calciums und Magnesiums in Böden 239
Spillner, F. Konduktometrie in gut leitenden Lösungen 33
Spingler, H., und Kaiser, F. Bestimmung des Antidiabeticums N-(4-Methyl-benzolsulfonyl)-N′-butylharnstoff in Serum 464
Spivak, L. L., siehe Sergienko, S. R.
Spivakovski, V. B., siehe Axelrud, N. V.
Sprague, J. W., siehe Wiberley, S. E.
Sprince, H. und Rowley, G. R. Anregungs- und Fluorescenzspektrum des Chinins 143
Squirrell, D. C. M., siehe Haslam, J.
Srivastava, B. N., und Saxena, S. C. Wärmeleitfähigkeitszelle 48
Srivastava, H. C., siehe Mukherjee, S.
Stacey, M., siehe Barker, S. A.
Stahl, C. R., und Siggia, S. Bestimmung von Säurechloriden neben freien Carbonsäuren und Chlorwasserstoff 230. — Bestimmung organischer Disulfide 231
Stainier, C., Lapière, Ch., und de Tiège-Robinet, S. Analytik von Barbituraten in pharmazeutischen Zubereitungen 76
Stalcup, H., siehe Watts, J. O.
Stanley, W. L., siehe Kirchner, J. G.
Stapp, C., und Wetter, C. Bestimmung von Magnesium im Boden 240
Starik, I. E., Atrašenok, L. Ja., und Krylov, A. Ja. Bestimmung von Uran in akzessorischen Mineralien 382
Starik, I. E., Ratner, A. P., Pasvik, M. A., und Šeidina, L. D. Analytische Bestimmung des Protactiniums 291
Stark, D. D., siehe Dean, E. W.
Stathis, E. C. Abtrennung und Bestimmung von Kupfer als Kupfer(I)-rhodanid in metallurgischen Produkten 450
Steber, A. Komplexometrische Bestimmung von Calcium in Blut 148
Steele, M. C., und England, L. J. Bestimmung von Aluminium in Aluminium-Kupferlegierungen 57
Steens-Lievens, A. Übersicht über die Flammenphotometrie 117
Steensma, F. A. Nachweis von Nitrit und Nitrat in verdünnten Lösungen 148
Steimetz, M. E. Qualitative Mikroanalyse durch Mikrokristallfällungen 34
Stein, W. H., siehe Moore, S.
Stengele, J., siehe Baum, F.
Stern, D. G. Bestimmung von Kobalt in Eisenlegierungen 375
Stern, J. A., siehe Tomiyama, T.
Stewart, D. W., siehe Happ, G. P.
Steyermark, A., Alber, H. K., Aluise, V. A., Huffman, E. W. D., Jolley, E. L., Kuck, J. A., Moran, J. J., und Ogg, C. L. Mikrochemische Geräte 120
Stock, J. T. Entwicklung der Deadstop-Titrimetrie 33
Stoll, A., und Rüegger, A. Papierchromatographische Trennung von Mutterkornalkaloiden 396
Strack, E., Friedel, W., und Hambsch, K. Bestimmung kleiner Mengen von Methionin und Formaldehyd in Gewebe 152. — Papierchromatographischer Nachweis von Homocystein und verwandten Aminosäuren 152
Stragand, G. L., siehe Safford, H. W.
Strain, H. H., siehe Evans, G. H.
Strauch, L., siehe Dermelj, M.
Strickland, J. D. H., siehe Risk, J. B.
Striganov, A. P., siehe Doncov, Ju. P.
Sturzebecher, B., siehe Lilie, H.
Suchobokova, N. S., siehe Reišachrit, L. S.
Sudô, E. Extraktion von Diäthyldithiocarbaminaten mit Tetrachlorkohlenstoff 373
Suk, V., siehe Malát, M.
Sullivan, M. X., siehe McCarthy, T. E.
Sulojev, Ju. N., siehe Vjachirev, D. A.
Suter, H., siehe Hadorn, H.

Suzuki, J. I., Tausig, F., und Morse, R. E. Reproduzierbare Methode zur Bestimmung des Schärfegrades von Cayenne-Pfeffer 311
Suzuki, S., und Aihara, O. Endpunkt bei jodometrischen Titrationen 37
Svach, M. Anwendung von Brenzcatechinsulfophthalein in der colorimetrischen Analyse 41
Svoboda, M., siehe Zuman, P.
Swann, M. H., und Esposito, G. G. Bestimmung von Harnstoff-Formaldehydharz in Anstrichstoffen 395
Sweet, T. R., siehe Salyer, D.
Sweetser, P. B. Zersetzung organischer Fluorverbindungen in der Knallgasflamme 221
Synek, L., siehe Večeřa, M.
Szekeres, L., und Kellner, Á. Arsenometrische Bestimmung von Ammoniak 438. — siehe auch Bakács-Polgár, E.

Tabakova, E. G., und Solov'eva, Z. V. Bestimmung von zwei- und dreiwertigem Titan in Natrium- und Kaliumchloridschmelzen 384
Takahashi, K., siehe Fukushima, S.
Takeyama, S., siehe Gotô, H.
Takino, Y., siehe Takiura, K.
Takiura, K., Takino, Y., und Harada, S. Azotometrische Bestimmung von Methoxylgruppen 223
Tamamushi, R., siehe Tanaka, N.
Tanaka, N., Oiwa, I. T., und Kodama, M. Amperometrische und potentiometrische Titration von Cadmium mit Äthylendiamintetraessigsäure 127
Tanaka, N., und Tamamushi, R. Amperometrische Titration von Dodecylpyridiniumbromid mit Natriumdodecylsulfat 445
Tanaka, T., siehe Iritani, N.
Tandon, J. P., und Mehrotra, R. C. Studies in Bivalent Chromium Salts. Part I. Standardisation of Chromous Solutions with Ferric and Cupric Salts Using Visual Indicators 20 [Or]. — Studies in Bivalent Chromium Salts. Part. II. Reduction of Dye-stuffs with Chromous Sulphate 189 [Or]
Tausig, F., siehe Suzuki, J. I.
Tavaszy, L., siehe Láng, B.
Ten Have, J., siehe van der Spek, J.
Tenney, H. M., und Harris, R. J. Probeneinlaßsystem zur Anwendung in der Gaschromatographie 203
Teodorovič, I. L., und Andrejeva, M. A. Kupferbestimmung in alkalischer Lösung mit Kaliumcyanoferrat(II)-lösung 281
Teodorovič, I. L., und Leušina, I. K. Bestimmung von Kupfer mit Kaliumcyanoferrat(II)-lösung 281
Terasaka, S., siehe Fukushima, S.
Terebová, K., siehe Číhalík, J.
Teterin, J. D., siehe Preobraženskij, B. K.
Thieme, H. Photometrische Bestimmung von Phenothiazinderivaten 79
Thies, H., und Reuther, F. W. Papierchromatographische Trennung von Alkaloiden 141
Thomas, M. D., MacLeod, J. A., Robbins, R. C., Goettelman, R. C., Eldridge, R. W., und Rogers, L. H. Automatische Bestimmung von Stickoxyden in der Atmosphäre 47
Thompson, G. W., siehe Schreyer, J. M.
Thompson, H. W. Übersicht über die Infrarotspektroskopie 118
Throckmorton, W. H., und Hutton, G. H. C-H-Bestimmung in organischen Fluorverbindungen 215
de Tiége-Robinet, S., siehe Stainier, C.
Timell, T. E., Glaudemans, C. P. J., und Currie, A. L. Spektrophotometrische Bestimmung von Zucker 233
Timofeeva, E. A., Kleimenova, V. M., und Dobrynina, T. P. Bestimmung der Jodzahlen einiger Kohlenwasserstoffe mit 5 und 6 C-Atomen 388
Török, L. Bestimmung der organischen Substanz in Böden und Düngerproben 69
Tolmačev, V. N., und Zatučnaja, L. A. Colorimetrische Bestimmung des Siliciums in Siluminen 57
Tomiyama, T., DaCosta, A. A., und Stern, J. A. Schnellbestimmung der flüchtigen Säuren und Basen in Fischfleisch 309
Tourky, A. R., Issa, I. M., und Hewaidy, I. F. Photometrische Manganbestimmung 135
Toušek, J., siehe Valtr, Z.
Toušková, A., siehe Valtr, Z.
Trentelman, J., und van Velthuijsen, A. Borbestimmung in Emaillen und Glasuren 385
Trompler, J., siehe Schulek, E.
Truog, E., siehe Berger, K. C.

Tucker, B. M. Bestimmung austauschbarer Basen und des S-Wertes 238
Tulčinskij, M. N. Photocolorimetrische Mikrobestimmung von Lactose und Saccharose nebeneinander 235
Tulus, M. R. Papierchromatographische Trennung von Cholin und Acetylcholin 233
Turba, F., und Enenkel, H. J. Apparatur zur Kennzeichnung von Milchprodukten 303
Turkovskaja, D. V., siehe Nessonova, G. D.
Twarog, B. M., und Page, I. H. Vorkommen von Tryptamin und 5-Hydroxytryptamin im Harn 157

Umberger, C. J., und Adams, G. Identifizierung einzelner Barbiturate 75
Uno, T., siehe Kakemi, K.
Usami, S. Polarographische Bestimmung von Vinylacetat 224

Vageler, P., und Alten, F. Titration austauschbarer Basen 238
Vail, E. I., siehe Kremer, V. A.
Valencia, R. Flammenspektrophotometrie zur Bestimmung von Alkali- und Erdalkalimetallen in Plasma und Gewebe 148
Valtr, Z., Toušek, J., und Toušková, A. Analyse von Ferraten(VI) 294
Vanag, G. Ja., und Mackanova, M. A. Farbreaktion auf Hydrazin 290
Vaněček, S., siehe Macek, K.
Vavruch, I., siehe Bouzková, J.
Večeřa, M. Identifizierung von Benzidin und seinen Isomeren 444. — Siehe auch Gasparič, J.
Večeřa, M., und Friedrich, K. Anwendung von Ionenaustauschern in der organischen Analyse 223
Večeřa, M., und Gasparič, J. Chromatographische Trennung und Identifizierung von Aminen 225
Večeřa, M., und Synek, L. Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Substanzen, die verschiedene Metalle enthalten 440
Vedlich, M., siehe Černá, E.
Veicman, R. M. Jodometrische Bestimmung von Silicium 451
van Velthuijsen, A., siehe Trentelman, J.
Vial de Sachy, H. Nachweis von Arsen neben Antimon 132
Vigier, R. Bestimmung von Fluor in Gegenwart von Phosphationen 382
Vignoli, L., Cristau, B., und Pfister, A. Reagentien aus Heteropolysäuren von Molybdän und Wolfram 35
Vinkoveckaja, S. Ja., siehe Nazarenko, V. A.
Vjachirev, D. A. und Sulojev, Ju. N. Analyse eines Gemisches von Mono-, Di- und Triäthanolamin 233
v. Vogel, H. U. Chemiker-Kalender 30 [L]
Vogelenzang, E. H. Bestimmung von Fluorid in Arzneimitteln 73
Vogg, G., siehe Marquardt, P.
Vogt, H. Chemische Wertbestimmung von Tetracyclin 399
Vogt, K., siehe Kiermeier, F.
Volkova, A. I., siehe Babko, A. K.
Volynskij, N. P., Galpern, G. D., und Čudakova, I. K. Quantitative Halogenbestimmung in organischen Verbindungen durch doppelte Verbrennung 219
Vonesch, E. E., siehe Guagnini, O. A.
Voter, R. C., Banks, Ch. V., und Diehl, H. Bestimmung von Palladium 136
Vřešťál, J., siehe Havíř, J.
Vukov, K. Schnelle mechanische Extraktion von Pflanzenstoffen 70

Wachsmann, Th., siehe Pfeil, E.
Wagenaar, M. Bestimmung von Schalen in Kakao 314
Wagner, H. Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Substanzen 439
Wagner, H., und Bühler, F. Verbrennung organischer Substanzen im Sauerstoffstrom zur Schwefelbestimmung 439
Waldmann, J. Nachweis von Zinn(II), Druckfehlerberichtigung 320
Walker, G. T., und Hirsch, F. Nachweis von oberflächenaktiven, quaternären Ammoniumverbindungen in Kaltwellpräparaten 458
Walter, R. R., siehe King, E. L.
Watts, J. O., und Stalcup, H. Analyse von Nitroguanidinsprengstoffen 454
Waymouth, C., siehe Davidson, J. N.
Weaver, P. J., siehe Sallee, E. M.
Webb. A. D., siehe Ikeda, R. M., sowie Ng, H.
Webb, J. M. Empfindliche Bestimmung von Ribonucleinsäure in Geweben und Mikroorganismen 159

Wehber, P. Chelatometrie. XV. Über neue p_M-Indicatoren 10 [Or]. — Chelatometrie. XVI. Die komplexometrische Nebeneinanderbestimmung von Eisen(III)- und Aluminiumionen 321 [Or]
Wehber, P., und Johannsen, W. Chelatometrie. XIV. Der Eisen(III)-rhodanid-Indicator 7 [Or]
Wehle, H. Schaumkraftzahl zur Beurteilung von Zahnreinigungsmitteln 74
Wehrli, S. Kontinuierlich arbeitender Extraktionsapparat 121
Weiser jr., H. J. Papierchromatographische Trennung von Phosphaten 291
Weiser, R., siehe Pöhm, M.
Weiss, F., siehe Keller, W.
Weisz, H. Ringofentechnik 35. — Siehe auch Belcher, R.
Weisz, H., und Scott, F. Verwendung der Ringofen-Technik bei radioaktiven Substanzen 35
Wendlandt, W. W. Thermische Zersetzung der Chelate von verschiedenen Metallen mit 5,7-Dijod-8-hydroxychinolin 44. — Thermische Beständigkeit von Zirkoniumniederschlägen 290
Wengler, H. L., und Ausel, W. Verwendung von Dinatriumdihydrogenäthylendiamintetraacetat im Eisenhüttenlaboratorium 65
Wennerstrand, B., siehe Kinnunen J.
Wentworth, W. E., siehe Keirs, R. J.
Wepner, W. Dämpfungsmessung zur Bestimmung kleiner Kohlenstoff- und Stickstoffgehalte im α-Eisen 62
Werz, W., und Neuberger, A. Bestimmung von Aluminium in Stahl 61
Westall, R. G. Bestimmung von Porphobilinogen im Urin 320
Westfall, W., siehe Schubert, J.
Wetter, C., siehe Stapp, C.
Wheeler, D. H. Bestimmung der Peroxydzahl in Speiseölen 307
Whiffen, D. H. IR-Spektroskopie in der Zuckerchemie zum Nachweis von Verunreinigungen in Zuckern und ihren Derivaten 235.
White jr., L., und Barrett, W. J. Bestimmung der Wassergehalte von rauchender Salpetersäure 67
Wiberley, S. E., Sprague, J. W. und Campbell, J. E. Quantitative Bestimmung von Festkörpern in Kaliumbromid-Preßlingen 202
Wickbold, R. Zersetzung organischer Fluorverbindungen durch Verbrennung in der Knallgasflamme 221
Wieland, Th. Elektrophoretische Technik 150
Wieland, Th., und Fischer, E. Retentionsanalyse 150
Wilder jr., P., siehe Buyske, D. A.
Wilkins, D. H., und Smith, G. F. Spektralphotometrische Konstanten von Chelatkomplexen 43
Will III, F. siehe Yoe, J. H.
Willard, H. H., und Winter, O. B. Bestimmung von Fluor 121.
Winefordner, J. D., siehe Malmstadt, H. V.
Winter, O. B., siehe Willard, H. H.
Wirth, T. K. Bestimmung von Bilirubin 464
Witten, B., siehe Hanker, J. S.
Woelfel, W. C., siehe Sallee, E. M.
Woidich, K. Bestimmung der flüchtigen Säure im Wein 296
Woidich, K., Schmid, L., und Gnauer, H. Nachweis von Monobromessigsäure 299
Wollenberg, O. Untersuchung des Insecticides Gusathion 70
Wollenberg, O., und Schrader, G. Untersuchung von Gusathion 70
Wolodkewitsch, N. Festigkeitsprüfungsgerät für Lebensmittel 295
Wood, A. A. R., siehe Haywood, F. W.
Woodward, J. A., siehe Gregory, J. N.
Wootton, I. D. P., siehe Bartholomew, R. J.
Wünsch, L. Neues Trennungsverfahren mit Hilfe von Ionenaustausch und Chelatbildung 364
Wunderlich, H. Colorimetrische Bestimmung von Rauwolfia-Alkaloiden in pharmazeutischen Zubereitungen 397
Wyman, G. M., siehe Black, E. D.

Yagi, K., und Matsuoka, Y. Papierelektrophoretische Trennung und Bestimmung von Riboflavinnucleotiden 158
Yamaguchi, Sh., und Hori, T. Magnetochemische und kristallographische Analyse der ferromagnetischen Oxyde mittels Elektronenbeugung 360 [Or]
Yamamura, S. S., siehe Fritz, J. S.
Yamashina, H., siehe Kakemi, K.
Yoe, J. H., Will III, F., und Black, R. A. Bestimmung von Uran 134. — Siehe auch Mann, Ch. K.
Yokoyama, Y., siehe Gotô, H., sowie Kakita, Y.

Yu, T. C., und Sinnhuber, R. O. Bestimmung der Ranzidität von Fischereiprodukten 309

Zacharov, H. L., siehe Mašovec, V. P.
Zaffaroni, A., Burton, R. B., und Keutman, E. H. Papierchromatographie von Steroiden 461
Zajdel, A. N., Kalitejevskij, N. I., Lipis, L. V., und Čajka, M. P. Bestimmung von Beimengungen in Thorium und Berylliumverbindungen durch Spektralanalyse 199
Zajdel, A. N., Kalitejevskij, N. I., Lipis, L. V., Čajka, M. P., und Beljaev, Ju. I. Spektralanalyse nach dem Verdampfungsverfahren 199. — Siehe auch Beljaev, Ju. I.
Zaki, M. R., siehe Khalifa, H.
Zannier, H., siehe Rüdorff, W.
Žarovskij, F. G., und Gavrilova, E. F. Colorimetrisches Verfahren zur Bestimmung von Molybdän im Stahl 64
Zatučnaja, L. A., siehe Tolmačev, V. N.
Zeiss, W., siehe Scholder, R.
Zeller, P., siehe Isler, O.
Zemljakova, Je. P. Anwendbarkeit des Karl-Fischer-Verfahrens zur Wasserbestimmung in Komplexverbindungen 40
Ziegler, M., Glemser, O., und Preisler, E. Zur photometrischen Bestimmung von Kobalt als Tributylammoniumhexarhodanokobalt(II) 358 [Or]
Zimmer, H. Nitritbestimmung 310
Zimmerli, A., siehe Nield, C. H.
Zimmermann, W. Mikronachweis von Kohlenstoff 213
Zipkin, I., Armstrong, W. D., und Singer, L. Trennung von Fluorid und Phosphat 293
Zörner, A., Krath, E., und Feucht, H. Anreicherungsverfahren zur Bestimmung von Aluminium in Stahl 61
Zucco, P. S., siehe Deal, C. H.
Zuman, P., Sicher, J., Krupička, J., und Svoboda, M. Schnelle Methode zur Bestimmung der Oxydationsgeschwindigkeit epimerer offenkettiger Glykole 232
Zweifel, G., siehe Barker, S. A.
Zwikker, J. J. L. Infrarotspektren von Barbituraten 75
Zýka, J., siehe Michal, J.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Abwasser, Analyse industrieller Abwässer 49; Bestimmung verschiedener Stoffe 51; massenspektrometrische Bestimmung flüchtiger Lösungsmittel 51
Acetaldehyd, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 227; Bestimmung bei der Gärung mit Bacterium coli 160
Acetanilid, Bestimmung von Sauerstoff 218
Acetat, Nachweis 33
Aceton, Feststellung der Verdampfungskurve 120; photometrische Bestimmung 228; Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 228; Bestimmung in binären Mischungen 205; Analyse eines Gemisches mit Butanol und Äthanol 229; Bestimmung in Abwässern 52
Acetophenon, Analyse in Gemischen 363
Acetoxyresazurin, analytisches Reagens 365
Acetylaceton, photometrische Bestimmung 228
Acetylchlorid, Analyse eines Gemisches mit Essigsäure 231
Acetylcholin, papierchromatographische Trennung von Cholin 233
Acetylmethylcarbinol, Bestimmung bei der Gärung mit Bacterium coli 160
Acidimetrie, Kaliumtetraborat als Urtitersubstanz 38
Acidität, Bestimmung in Abwässern 51
Aconitalkaloide, papierchromatographische Trennung 147
Aconitin, Bestimmung 147
Acrolein, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 227
Äpfel, Nachweis von Zuckern und Säuren 298

Äpfelsäure, Nachweis in Obstsorten 297
Äthanol, Bestimmung 149; Analyse in Gemischen mit Wasser 362; eines Gemisches mit Aceton und Butanol 229; Bestimmung bei der Gärung mit Bacterium coli 160; siehe auch Alkohol
Äthanolamin, Bestimmung in Diäthanolamin 226
Äthanthiol, Bestimmung von Wasser 455
Ätherextraktionsapparatur, siehe Extraktionsapparat
Ätherische Öle, Bestimmung in Kamillenblüten 74
Äthoxyresazurin, analytisches Reagens 365
Äthylalkohol, siehe Äthanol
p-Äthylbenzoldiazoniumchlorid, Bestimmung nach der Chrom(II)-chloridmethode 443
Äthyldichlorsilan, Bestimmung von Silicium 222
Äthylendiamin, wasserfreies Äthylendiamin als Lösungsmittel bei der Titration von Hydroperoxyden und Persäuren 224
Äthylendiamintetraacetat, Verwendung im Eisenhüttenlaboratorium 65; potentiometrische Titration mit Quecksilber(II) 456
Äthylendiamintetraacetatlösungen, elektrochemisches Verhalten von Metallelektroden bei Titrationen mit ÄDTA-Lösungen 120
Äthylendiamintetraessigsäure für Mikrotitrationen 36; Stabilitätskonstanten verschiedener Metallkomplexe 260; als Komplexbildner bei der elektrochromatographischen Trennung von Alkali- und Erdalkalionen 123
Äthylendiamintetraessigsaures Natrium, Bestimmung 36
Äthylenglykol, Trennung von Glycerin durch azeotrope Destillation 231; Abtrennung durch Ionenaustauschchromatographie 232
Äthylenglykol-bis(β-aminoäthyläther-)N,N′-tetraessigsäure, neues Komplexon zur Bestimmung von Calcium neben Magnesium 285
Äthylenoxyd, Bestimmung von beigemischten Propylenderivaten in Äthylenoxyd und dessen Umwandlungsprodukten 394
2-Äthylhexylaldehyd, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 227
Äthylhydroperoxyd, Bestimmung 224
p-Äthylhydroxyäthylbenzoldiazoniumchlorid, Bestimmung nach der Chrom(II)-chloridmethode 443
Adrenalin, Bestimmung im Harn 460
Alanin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 150
Aldehyde, papierchromatographische Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazone 227
Aliphatische Amine, siehe Amine
Alizarinzirkoniumkomplex, zur Bestimmung von Fluor neben Phosphationen 382
Alkalichloridschmelzen, Bestimmung von Titan 383
Alkalien, elektrochromatographische Trennung 123; Bestimmung in Mineralwässern 50; Bestimmung im Wasser 315
Alkalimetalle, Mikrokristallfällungen 34; gewichtsanalytische Bestimmung als Fluoborate 280; papierchromatographische Bestimmung 433; Chromatographie auf Asbestpapier 280; Trennung von Erdalkalikationen durch Elektrochromatographie 123
Alkalität, Bestimmung in Abwässern 51
Alkaloide, Reaktionen mit Kaliumfällungsmitteln 139; papierchromatographische Trennung 141; Bestimmung mit stark basischem Anionenaustauscher 143; elektrophoretische Wanderweiten 141; Identifizierung und Abtrennung pharmazeutisch gebrauchter Alkaloide 144; Trennung in pflanzlichen Arzneimitteln und ihren Präparaten 141
Alkohol, Nachweis im Blut 149; Bestimmung im Blut 317; siehe auch Äthanol
Alkoholfreie Getränke, Nachweis von Dulcin 312
Alkoholische Getränke, Nachweis von Dulcin 312
Alkylarylsulfonate, Nachweis oberflächenaktiver Alkylarylsulfonate 458
Alkylbenzolsulfonate, Bestimmung kleiner Mengen in Wässern 52
Alkylchlorsilane, Bestimmung von Silicium 222
Alkylpyridine, colorimetrische Bestimmung von nicht-α-substituierten neben α-substituierten Alkylpyridinen 42
Allobarbital, Nachweis 77
Allylen, beim Nachweis von Kohlenstoff 213
Allylisobutylbarbitursäure, Nachweis 77

Allylisopropylbarbitursäure, Nachweis 77
Aluminium, Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210; spektrochemische Bestimmung 66; papierchromatographische Bestimmung 431; R_f-Wert 96; polarographische Untersuchung des Komplexes mit Pontachromviolett SW 211; Analyse von Gemischen mit Kaliumperchlorat und Bariumnitrat 454; polarographische Bestimmung in Zink-Spritzgußlegierungen 372; Schnellbestimmung in Aluminium-Kupferlegierungen 57; Bestimmung in Titan und Titanlegierungen 58; Überprüfung der Methoden zur Bestimmung im Stahl 60; Bestimmung kleiner Mengen im Stahl 61; Bestimmung in Eisen und Stahl 374; Analyse von Beizbädern 67; Störung bei der Magnesiumbestimmung 126; Einfluß auf die Calciumemission in der Flamme 401; Störung bei der Quecksilberbestimmung 128; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 5; Bestimmung von Na und K in Gläsern neben Aluminium 386; von Kobalt neben Aluminium in Eisenkiesen und Zinkoxyd 359
Aluminiumbad, Bestimmung von Kohlenstofffluoriden in den Anodengasen 48
Aluminiumbronze, Bestimmung von Aluminium 57
Aluminiumionen, chelatometrische Bestimmung neben Eisen(III)-ionen 321
Aluminium-Kupferlegierungen, Bestimmung von Natrium 56; von Aluminium 57
Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Zink 372
Aluminiumoxyd, Analyse mit Hilfe von Elektronenbeugung 360; Nachweis von Chlor 425
Aluminiumoxyd-Kieselsäure-Crackkatalysatoren, Bestimmung kleiner Halogenmengen 392
Aluminiumseifen, Bestimmung von Fettsäuren 202; von 1-Naphthol 457
Aluminon zur spektralphotometrischen Bestimmung von Gallium 286; von Aluminium in Titan und -legierungen 58
Ameisensäure, R_f-Wert 299; Bestimmung im Tabakrauch 71; bei der Gärung mit Bacterium coli 160
Ameisensäureester, Nachweis neben anderen Säureestern speziell Carbonsäureestern 230
Amidopyridin, Titration in nichtwäßriger Lösung 339
Amine, Reaktion aliphatischer Amine mit salpetriger Säure 224; chromatographische Trennung und Identifizierung 225; Bestimmung aliphatischer Amine 225; primärer aliphatischer Amine 226; aliphatischer und aromatischer Amine 226
σ-Aminobenzaldoxim, Reagens zur colorimetrischen Kupferbestimmung 282
γ-Aminobuttersäure, Nachweis in Weizen- und Roggenkeimen 301
1-Amino-2-naphthol-4-sulfonsäure, zur Bestimmung von Silicium in Siluminen 57
p-Aminophenol, Bestimmung 444
Aminosäuren, Nachweis schwefelhaltiger Aminosäuren 152; qualitative Vorbestimmung 151; chromatographische Trennung an Ionenaustauschersäulen 151; Trennung der Phenylthiohydantoine 317; quantitative Analyse in Proteinhydrolysaten 149; chromatographische Analyse basischer Aminosäuren im Hydrolysat von Eiweißstoffen 152; Bestimmung von Phenylalanin neben anderen Aminosäuren 318
Ammoniak, arsenometrische Bestimmung 438
Ammoniak-Pyridin-Pyrazolon-Reaktion zur Stickstoffbestimmung in Stahl 375
Ammonium, Mikrokristallfällung 34; Störung bei der Quecksilberbestimmung 128
Ammoniumchloridlösung, maßanalytische Bestimmung von Chlor 135
Ammoniumreineckat, zur Bestimmung von Rauwolfia-Alkaloiden 397
Ammoniumrhodanid, Nachweis von Chlor 425
Ammoniumsulfatsalpeter, konduktometrische Untersuchung 33
Ammoniumsulfid zur Abtrennung kleiner Magnesiummengen von Eisen 356
Ammoniumverbindungen, quaternäre, Nachweis in Kaltwellpräparaten 458; Verteilungschromatographie quaternärer Ammoniumverbindungen 227
Ammonsalpeter, Bestimmung von Öl in Industrielösungen 384
Analyse, Verwendung statistischer Methoden 271; Verbesserung der qualitativen Schnellanalyse 362; magnetochemische und kristallographische. Analyse der ferromagneti-

schen Oxyde mittels Elektronenbeugung 360; Mikroanalyse durch Mikrokristallfällung 34; Untersuchungen über die qualitative anorganische Analyse 33; organische Reagentien in der anorganischen Analyse 347; Verwendung von Jodmonochlorid in der Maßanalyse 365; von Brenzcatechinsulfophthalein 41; von Ionenaustauschern in der organischen Analyse 223; Trennungsverfahren mit Hilfe von Ionenaustausch und Chelatbildung 364; Analysengang für den Nachweis von Anionen 33; Untersuchung galvanischer Bäder und anderer Lösungen zur Oberflächenbehandlung von Metallen (Langford) 45 [L]; siehe auch anorganische Analyse, sowie Gasanalyse, Phosphorimetrie und Röntgenfluorescenzanalyse
Anilide, Bestimmung von Hydroxycarbonsäuren 237
Anilin, Bestimmung 444
Anilinacetat-Furfurolverfahren zur Bestimmung von Pentosen 236
Anilinoxalat, Reagens auf Zucker 300
Anionen, Mikrokristallfällungen 34; multiplikative und additive Störungen bei flammenphotometrischen Bestimmungen 201; Analysengang zum Nachweis 33
p-Anisidinhydrochloridreagens, zur Bestimmung von Zuckern auf Papierchromatogrammen 234
Anodengase des Aluminiumbades, Bestimmung von Kohlenstofffluoriden 48
Anorganische Analyse mittels Papierchromatographie 429; siehe auch Analyse
Anorganische Ionen, elektrochromatographische Trennung 205
Anorganische Komplexe, Farbreaktionen mit organischen Verbindungen 42
Anorganische Substanzen, Farbreaktionen mit Phosphormolybdat und Phosphorwolframat 35
Anorganische Verbindungen, Mikronachweis von Kohlenstoff 213
Anstrichstoffe, Bestimmung von Harnstoff-Formaldehydharz 395
Anthranilsäure, Bestimmung 154; mit Jodmonochlorid 366; R_f-Wert 299
Anthronreagens zur Bestimmung von Kohlenhydraten 156
Antidiabetica, Bestimmung von N-(4-Methyl-benzolsulfonyl)-N'-butylharnstoff im Serum 464
Antimon, spektralanalytische Bestimmung 200; R_f-Wert 96; Bestimmung in hochgereinigtem Germanium oder Germaniumdioxyd 373; Störung bei der Quecksilberbestimmung 128; Nachweis von Arsen neben Antimon 132; Bestimmung von Kobalt neben Antimon in Gläsern 359
Antimon(V), papierchromatographische Bestimmung 430
Antimon(V)-oxyd, Nachweis von Chlor 425
Antistinum hydrochloricum, Kristallreaktionen 140
Apfelsaft, Nachweis von Monobromessigsäure 299
Apfelsinen, Nachweis von Zuckern und Säuren 298
Aprobarbital, Nachweis 77
Arbeitsvorschriften für das Pulfrich-Photometer (Richter) 31 [L]
Arecolinum hydrobromicum, Kristallreaktion 140
Arfonad, amperometrische Bestimmung 400
Argentitelektrode, Herstellung 32
Arginin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 150
Aromastoffe, Untersuchung der Carbonsäureestergemische 298
Aromaten, Abtrennung von gesättigten und ungesättigten Kohlenwasserstoffen 442; Bestimmung in Petroleumdestillaten und Leichtölen 387; Trennung der C_{18}-C_{25}-Fraktion im Erdöl von Paraffinen und Cycloparaffinen 387
Aromatische Amine, colorimetrische Bestimmung 443
Aromatische Kohlenwasserstoffe, Summenbestimmung in Gemischen 236
Aromen, Nachweis in Kaffeextrakten 447
Arsen, R_f-Wert 96, Bestimmung 363; als Chinolinarsenmolybdat 434; Nachweis neben Antimon 132; Bestimmung in hochgereinigtem Germanium oder Germaniumdioxyd 373; Störung bei der Quecksilberbestimmung 128; Bestimmung von Germanium neben großen Arsenmengen 288; von Kobalt neben Arsen in Eisenkiesen und Gläsern 359
Arsen(V), papierchromatographische Bestimmung 430
Arsenat, Nachweis 34
Arsenationen, Titration mit 0,1 m Magnesiumsulfatlösung 14
Arsenit, Nachweis 34

Arsenomolybdat, Reagens auf Zucker 300
Arsen(III)-oxyd zur jodometrischen Bestimmung von Cer(IV) 252
Artosin, Bestimmung im Serum 464
Arylamide der 3-Hydroxy-2-naphthoesäuren, Bestimmung 237
Arylchlorsilane, Bestimmung von Silicium 222
Arzneimittel, Bestimmung von Fluorid 73; von Nipagin und anderen Hydroxybenzoesäureestern 78; Trennung von Alkaloiden 141
Arzneimittelanalyse, Koflersche Mikromethoden in der Arzneimittelanalyse 138
Arzneimittelpräparate, Trennung von Alkaloiden 141
Asbestpapier zur chromatographischen Trennung von Alkaliionen 280
Asche, Bestimmung von Schwefel 440
Ascorbinsäure, Bestimmung 35; von Ascorbinsäure und ihren oxydierten Formen in Gehirn und Cerebrospinalflüssigkeit 463
Asparaginsäure, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 150
Atmosphäre, Bestimmung von Stickoxyden 47
Atosil, Bestimmung 79
Aureomycin, Bestimmung 400
Autoradiographie in der Ringofentechnik 35
Autunit, Bestimmung von Uran 134
Azobenzol, Infrarotspektrum 119
1-Azo-2-hydroxy-3-(2,4-dimethylcarboxanilido)-naphthalin-1′-(2-hydroxybenzol), Farbreagens auf Magnesium 126
Azoverbindungen, Reduktion mit Chrom(II)-salzen 189

Bacterium coli, Bilanzstudien bei der Gärung 160
BAL, Bestimmung mit Jodmonochlorid 366
Bananen, Nachweis von Zuckern und Säuren 298
Barbital, Nachweis 77
Barbitale, Schema zum Nachweis 77
Barbiturate, Analytik in pharmazeutischen Zubereitungen 76; Bestimmung in Gegenwart von β-Methyl-β-äthylglutarimid 76
Barbitursäurederivate, Untersuchung durch Infrarotanalyse 75
Barium, Mikrokristallfällung 34; spektralanalytische Bestimmung 200; papierchromatographische Bestimmung 432; R_f-Wert 96; elektrochromatographische Abtrennung 123; potentiometrische Titration mit ÄDTA-Lösung 120; Bestimmung mit Metallfarbindicatoren 210; Bestimmung von Na und K in Gläsern neben Barium 386; von Schwefel neben Barium in organischen Substanzen 440
Bariumchloranilat, Herstellung 292
Bariumchlorid, Störungen bei der flammenphotometrischen Analyse 201
Bariumchloridlösung, maßanalytische Bestimmung von Chlor 135
Bariumnitrat, Analyse von Gemischen mit Kaliumperchlorat und Aluminium 454
Bariumperchlorat, Feststellung der Hygroskopizitätskurve 120
Bariumsalz der Chloranilsäure zur Bestimmung von Sulfat 292
Bariumsulfat, Bestimmung von Schwefel 440
Basen, Bestimmung austauschbarer Basen und des S-Wertes 238; Reaktion synthetischer Basen mit Kaliumfällungsmitteln 139; Bestimmung mit Natriumtetraphenyloborat 395; Bestimmung in Fischfleisch 309
Beerenobst, Bestimmung von Säuren und Zuckerarten 297
Beizbäder für Aluminium, Analyse 67
Belladonnaalkaloide, elektrophoretische Trennung durch Ionenaustausch 141
Benzalchlorid, Bestimmung in technischem Benzylchlorid 456
Benzaldehyd, Analyse in Gemischen 363
Benzidin, Identifizierung 444
Benzidinisomere, Identifizierung 444
Benzilsäure, Thermolysekurve der Verbindung mit Zirkonium 290
Benzimidazol zur Bestimmung von Kobalt 295
Benzin, Bestimmung von Bleispuren 390
Benzinfraktionen, massenspektrometrische Gruppenanalyse 33
Benzoesäure, Thermolysekurve der Verbindung mit Zirkonium 290; R_f-Wert 299; Titration mit Natronlauge 37; Analyse eines Gemisches mit Benzoylchlorid bzw. mit Benzoylbromid 231; Bestimmung im Tabakrauch 71
Benzol, Standardsubstanz in der Gaschromatographie 203; Abtrennung 443; polarographische Bestimmung neben seinen Homologen 236; Bestimmung im Tabakrauch 73
Benzolhomologe, Bestimmung von Benzol neben seinen Homologen 236

Benzophenon, Analyse in Gemischen 363
Benzotrichlorid, Bestimmung in technischem Benzylchlorid 456
Benzoylaconin, Bestimmung 147
Benzoylbromid, Analyse eines Gemisches mit Benzoesäure 231
Benzoylchlorid, Analyse eines Gemisches mit Benzoesäure 231
Benzoylperoxyd, Bestimmung der Peroxydzahl 389
Benzylbenzoat, Infrarotspektrum 119
Benzylchlorid, Analyse von technischem Benzylchlorid 456
Benzyldiphenyl, flüssige Phase in der Gaschromatographie 203
Berberinhydrochlorid, azotometrische Untersuchung 223
Berberinum sulfuricum, Kristallreaktionen 140; Fällung mit Uranylacetat oder Dioxyweinsäure 139
Bernsteinsäure, Nachweis in Obstsorten 297; Bestimmung bei der Gärung mit Bacterium coli 160
Beryllium, gravimetrische Halbmikrobestimmung mit β-Hydroxy-α-naphthaldehyd 283; papierchromatographische Bestimmung 432; R_f-Wert 96; schnelle quantitative Abtrennung von Spuren 283; spektralanalytische Bestimmung in Erzen und Mineralien 380; Bestimmung in Be- und Th-Verbindungen 200; in Berylliumbronze 283
Berylliumbronze, Bestimmung von Beryllium 283
Berylliumoxyd, spektralanalytische Bestimmung von Verunreinigungen 199, 200
Berylliumverbindungen, spektralanalytische Bestimmung von Beimengungen 199
Betacoccus arabinosaceous, Nachweis mit Hilfe des Infrarotspektrums von Dextran 235
Bilirubin, Bestimmung des direkt reagierenden Bilirubins im Urin 464
Bindschedlers Grün, Verwendung der Leukobase als Indicator bei der chelatometrischen Bestimmung von Eisen(III) und Aluminium 321
Biologische Aktivität, Bestimmung im Boden 240
1,2-Bis-(methylthio)-äthan, Bestimmung 43
Bismutatverfahren zur Bestimmung von Chrom in vanadiumfreien Stählen 63
Bismuton, Bestimmung mit Jodmonochlorid 366
2,6-Bis-(phenyl-2-pyridyl)-4-phenylpyridin, spektralphotometrische Konstanten der Chelatkomplexe 43
Blei, Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210; papierchromatographische Bestimmung 430; polarographische Bestimmung 290; Bestimmung in Erzen und technischen Produkten 378; geringer Mengen in Zinn und Zinnlegierungen 373; Bestimmung im Stahl 66; von Spuren in Benzin und Heizölen 390; Bestimmung in Trokkenhefe 446; Störung bei der Quecksilberbestimmung 128; bei der komplexometrischen Zinnbestimmung 289; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 5; auf die Kobaltbestimmung in Eisenlegierungen 376; Bestimmung von Na und K in Gläsern neben Blei 386; von Schwefel neben Blei in organischen Substanzen 440; von Kobalt neben Blei in Eisenkiesen 359
Bleiacetat, Nachweis von Chlor 425
Bleinitrat, Nachweis von Chlor 425
Blei(II)-oxyd, Nachweis von Chlor 425
Blei(IV)-oxyd, Nachweis von Chlor 425
Bleisulfat, Bestimmung von Schwefel 440
Blut, Bestimmung von Calcium 148; Nachweis von Alkohol 149; Bestimmung von Alkohol 317; kleinster Mengen Brenztraubensäure 149
Blutalkohol, einfache Bestimmungsmethode 317
Bluthydrolysate, Untersuchung der Aminosäuren 155
Blutserumproteine, Titration mit Schwermetallsalzen 154
Blutzucker, Bestimmung 156; ohne Reduktion 156
Boden, Bestimmung des pflanzenaufnehmbaren Magnesiums 239; des austauschbaren Calciums und Magnesiums 239; des pflanzenverfügbaren Bors 240; von Wolfram und Molybdän 69; der organischen Substanz 69; des Saccharasegehaltes (der biologischen Aktivität) 240
Bohnen, Bestimmung der Dehydrogenase-Aktivität in grünen Suspensionen 320
Bor, Bestimmung des pflanzenverfügbaren Bors im Boden 240; Bestimmung kleiner Mengen in Nickel 376; Bestimmung in Be- und Th-Verbindungen 200; in Emaillen und Glasuren 385; Bestimmung von Sauerstoff und Wasserstoff durch Mikrovakuumschmelze 370

Borat, Nachweis 34
Borsäure, Bestimmung von Kobalt neben Borsäure in Gläsern 359
Bradosol-Substanz. Kristallreaktion 140
Brasilin als Säure-Base-Indicator 37
Brenzcatechin, Bestimmung 35; Titration in nichtwäßrigem Medium 237
Brenzcatechinviolett (Brenzcatechinsulfophthalein), Anwendung in der colorimetrischen Analyse 41; als Metallfarbindicator 209; Indicator bei der komplexometrischen Zinnbestimmung 289
Bernztraubensäure, Bestimmung kleinster Mengen in Blut 149; bei der Gärung mit Bacterium coli 160
Brom, indirekte flammenphotometrische Bestimmung in Gegenwart von Chlor 135; Bestimmung in schweren Kohlenwasserstoffen und Katalysatoren 392; indirekte flammenphotometrische Bestimmung von Jod neben Brom 135
Bromat, Nachweis 34
Bromid, Nachweis 34; Nachweisgrenze 135; Bestimmung in Mineralwässern 50
Bromkresolorange, Verwendung als Metallfarbindicator 210
p-Brommandelsäure, Thermolysekurve der Verbindung mit Zirkonium 290
Bromphenolblaureagens zum Nachweis quaternärer Ammoniumverbindungen in Kaltwellpräparaten 459
Bromthymolblau, Indicator bei Titrationen 37
Bronzen, Bestimmung von Kupfer 55, 451
Brucin, Identifizierung und Abtrennung 144
Brucinum purum, Kristallreaktionen 140
Butan, Bestimmung im Tabakrauch 73
n-Butan, Standardsubstanz in der Gaschromatographie 203
Butanol, Analyse eines Gemisches mit Aceton und Äthanol 229; Bestimmung bei der Gärung mit Bacterium coli 160
2-Butanol, Bestimmung in binären Mischungen 205
Butobarbital, Nachweis 77
Butter, Thiobarbitursäuremethode zur Feststellung oxydativer Veränderungen 305; Ergebnis der Wassergehaltsbestimmung in Abhängigkeit von der Arbeitsweise 306; Bestimmung von Wasser 305; von Diacetyl 307
Buttersäure, R_f-Wert 299; R-Wert von Deri-vaten 230; Bestimmung im Tabakrauch 71
Buttersäureanhydrid, Bestimmung der Hydrolysegeschwindigkeit mit automatischem, potentiometrischem Titriergerät 119
Butylalkohol siehe Butanol
D, L-2, 3-Butylenglykol, Abtrennung durch Ionenaustauschchromatographie 232
meso-2, 3-Butylenglykol, Abtrennung durch Ionenaustauschchromatographie 232
n-Butyraldehyd, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 227
Butyryllysin, Analyse an Ionenaustauschersäulen 151

Cadmium, Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210; Stabilitätskonstanten verschiedener Polyaminkomplexe 260; spektralanalytische Bestimmung 200; papierchromatographische Bestimmung 430; R_f-Wert 96; polarographische Untersuchung des Komplexes mit Pontachromviolett SW 211; amperometrische und potentiometrische Titration mit Äthylendiamintetraessigsäure 127; Bestimmung in Erzen und technischen Produkten 378; Einfluß auf die komplexometrische Zinnbestimmung 289; auf die Zirkoniumbestimmung 5
Cadmiumelektrolyte, Bestimmung von Chlor 67
Caesium, Mikrokristallfällung 34; R_f-Wert 280
Caesiumchlorid, Störungen bei der flammenphotometrischen Analyse 201
Calcium, Einfluß des Aluminiums auf die Emission in der Flamme 401; Mikrokristallfällung 34; Bestimmung 363; papierchromatographische Bestimmung 432; R_f-Wert 96; potentiometrische Titration mit ÄDTA-Lösung 120; Bestimmung mit Metallfarbindicatoren 210; neues Komplexon zur Titration von Ca neben Mg 285; neuer Indicator zur komplexometrischen Bestimmung 284; elektrochromatographische Abtrennung 123; komplexometrische Bestimmung neben Magnesium mit besonderem Indicator 284; Trennung von Magnesium mit Hilfe von Ionenaustausch und Chelatbildung 364; Bestimmung in Mineralwässern 50; des austauschbaren Calciums im Boden 239; in Sulfitablaugen 456; in Plasma und Gewebe 148; im Blut 148; Störung bei der Quecksilberbestim-

mung 128; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 5; Bestimmung von Na und K in Gläsern neben Calcium 386; Titration von Arsenationen in Gegenwart von Calcium 14; Bestimmung von Kobalt neben Calcium in verschiedenen Eisenkiesen und Zinkoxyd 359
Calciumchlorid, Störungen bei der flammenphotometrischen Analyse 201
Calciumchloridlösung, maßanalytische Bestimmung von Chlor 135
Calciumformiat, Nachweis von Chlor 425
Calciumoxyd, Bestimmung in Kalk und Dolomit 65; in Hochofenschlacken und Sintern 66
Calcon, Indicator zur komplexometrischen Bestimmung von Calcium neben Magnesium 284
Caprinsäure, R_f-Wert 299; Bestimmung im Tabakrauch 71
Capronsäure, R_f-Wert 299; Bestimmung im Tabakrauch 71
Caprylsäure, Bestimmung im Tabakrauch 71
Carbonat, Nachweis 33
Carbonsäureester, siehe Ester
Carbonsäureestergemische bei der Untersuchung von Aromastoffen 298
Carbonsäuren, Bestimmung von Monocarbonsäuren im Tabakrauch 71; von Säurechloriden neben Carbonsäuren 230
2-Carboxy-2′-hydroxy-5′-sulfoformazylbenzol zur absorptiometrischen Bestimmung von Quecksilber 128
1-o-Carboxyphenylazo-2-naphthol-3,6-disulfosäure, Verwendung des Trinatriumsalzes für komplexometrische Titrationen 284
Carnotit, Bestimmung von Uran 134
Carotinoide, Analyse synthetischer sauerstoffhaltiger Carotinoide 449
Casantin, Bestimmung 79
Caseinhydrolysate, Bestimmung von Kupfer und Zink in Injektionslösungen 73
Cayenne-Pfeffer, Bestimmung der Schärfe 311
Céquartyl-A, Bestimmung 227
Cer, Abtrennung durch Ionenaustausch 129
Cer(III), Titration mit Hexacyanoferrat(III)-lösung 288
Cer(IV), jodometrische Bestimmung mit Arsen(III)-oxyd 252
Cer(IV)-di(äthylendiamin)-sulfatlösung in der Maßanalyse 39
Cerebrospinalflüssigkeit, Bestimmung von Ascorbinsäure und ihren oxydierten Formen 463
Cetavlon zur Abtrennung neutraler Polysaccharide 442
Cetyltrimethylammoniumbromid, Reagens auf Brenztraubensäure 149; zur Abtrennung neutraler Polysaccharide 442; Bestimmung 227
Chelatbildung, neues Trennungsverfahren mit Hilfe von Ionenaustausch und Chelatbildung 364
Chelate mit 5,7-Dijod-8-hydroxychinolin, thermische Zersetzung 44
Chelatometrie, Eisen(III)-rhodanid-Indicator 7; neue p_M-Indicatoren 10; Nebeneinanderbestimmung von Eisen(III)- und Aluminiumionen 321
Chemikalien, siehe Feinchemikalien
Chemiker-Kalender (v. Vogel) 30 [L]
Chinaalkaloide, Trennung 141
Chinaldin, Bestimmung von Isochinolin neben Chinaldin und Chinolin 42
Chinaldinrot, Indicator bei Titrationen 37
Chinidin, Identifizierung und Abtrennung 144
Chinin, Anregungs- und Fluorescenzspektrum 143; Identifizierung und Abtrennung 144
Chinolin, Bestimmung von Isochinolin neben Chinolin und Chinaldin 42
Chinolinarsenmolybdat bei der Bestimmung von Arsen 434
Chinone, Reduktion mit Chrom(II)-salzen 189
Chlor, maßanalytische Bestimmungsmethoden 135; turbidimetrische Bestimmung in Titan 57; Bestimmung in Glas 135; in Zink- und Cadmiumelektrolyten 67; in organischen Verbindungen 218; kleiner Mengen im Erdöl 393; Bestimmung in Erdölfraktionen 394; in schweren Kohlenwasserstoffen und Katalysatoren 392; indirekte flammenphotometrische Bestimmung von Brom neben Chlor 135; von Jod neben Chlor 135; Bestimmung von Kobalt neben Chlor in Zinkoxyd 359
Chloral, polarographische Bestimmung 74
Chloramin, colorimetrische Bestimmung aromatischer Amine auf Grund der Farbreaktion mit Chloramin 443
Chloramphenicol, colorimetrische Bestimmung 398
Chloranilsäure, Bestimmung von Sulfat durch Umsetzung mit dem festen Bariumsalz der Chloranilsäure 292

Chlorbenzoesäure, Analyse der Isomeren durch Gegenstromverteilung 444
Chlorbenzylalkohole, Bestimmung in technischem Benzylchlorid 456
Chlorbenzylchloride, Bestimmung in technischem Benzylchlorid 456
Chlorid, Nachweis 34; Nachweisgrenze 135; Bestimmung in Mineralwässern 50; in Abwässern 51; Schnellbestimmung in Titanschwamm 58, 374; Nachweis von Spuren in Feinchemikalien 421
Chloridionen, Reaktion mit Silberbenztriazol 41
Chlorkresolorange, Verwendung als Metallfarbindicator 210
Chloroform, Bestimmung in der Luft 47
Chlortetracyclin, Bestimmung 400
Chlortoluole, Bestimmung in technischem Benzylchlorid 456
Chlorwasserstoff, Bestimmung von Säurechloriden neben Chlorwasserstoff 230
Cholin, papierchromatographische Trennung von Acetylcholin 233
Chrom, Redoxpotential von Chrom(II) zu Chrom(III) 21; Bestimmung 363; spektrochemische Bestimmung 66; R_f-Wert 96; Bestimmung in Be- und Th-Verbindungen 200; spektrochemische Bestimmung im Stahl 60; Bestimmung nach dem Bismutatverfahren in vanadiumfreien Stählen 63; Einfluß auf die Kobaltbestimmung in Eisenlegierungen 376; Bestimmung von Sauerstoff und Wasserstoff durch Mikrovakuumschmelze 370; von Kobalt neben Chrom in Stählen 358
Chrom(II), Farbreaktion 365
Chrom(III), papierchromatographische Bestimmung 431
Chrom(II)-chloridmethode zur Bestimmung organischer Substanzen 443
Chromit, Bestimmung von Eisen(II) 383
Chrom(II)-lösungen, Titerstellung mit Eisen(III)- und Kupfer(II)-salzen 20
Chrom-Nickellegierungen, Bestimmung von Wismut 59; von Kobalt 358
Chromnickelstahl, Analyse 60
Chromoxyde, Nachweis von Chlor 425
Chrom(II)-salze, Studien 20, 189
Cinchonidin, Identifizierung und Abtrennung 144
Cinchonin, Identifizierung und Abtrennung 144
Citrat, Nachweis 34
Citronensäure als Komplexbildner bei der elektrochromatographischen Trennung von Alkali- und Erdalkalikationen 123; Nachweis in Obstsorten 297
Codein, Bestimmung 142; nichtwäßrige Titration 144
Colchicin, Identifizierung und Abtrennung 144
Colchicinum purum, Kristallreaktion 140
Columbit, Bestimmung von Uran 134
Cortex Chinae, Trennung der Alkaloide 141
Corticosteroide, Präparierung von Papier zur quantitativen papierchromatographischen Trennung 462; Extraktion mit kontinuierlich arbeitendem Extraktionsapparat 121
Coulometrie mit konstanter Spannung 206; elektronisches Präzisions-Coulometer 206
Crackkatalysatoren, Bestimmung kleiner Halogenmengen 392
Creme, Nachweis von Dulcin in Stoffen zur Herstellung 312
Crotonaldehyd, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 227
Cyanat, Nachweis 33
Cyanid, Nachweis 33; Bestimmung 41; volumetrische Bestimmung mit Nikkelsulfatlösung 288; Störung beim Nachweis anderer Anionen 33; bei der Quecksilberbestimmung 128
Cyanoferrat(II), Nachweis 34
Cyanoferrat(III) zur jodometrischen Bestimmung von Hydroxylamin 116; Nachweis 34; siehe auch Hexacyanoferrat(III)
Cyclobarbital, Nachweis 77
Cyclohexan, Standardsubstanz in der Gaschromatographie 203; Abtrennung 443
1,2-Cyclohexandiondioxim zur Bestimmung von Palladium 136
Cyclohexanol, Standardsubstanz in der Gaschromatographie 203
Cyclohexanon, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 228
Cyclohexen, Abtrennung 443
Cyclohexylhydroperoxyd, Bestimmung 224
Cycloparaffine, Trennung der C_{18}-C_{25}-Fraktion im Erdöl von Aromaten und Paraffinen 387
Cyclopentanon, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 228
Cystein, Bestimmung 155; in Proteinhydrolysaten 150; Bestimmung von Schwefel 439
Cysteinsäure, Nachweis 155
Cystin, Bestimmung 155, 225

Dead-stop-Titrimetrie, Entwicklung 33
Decansäure, R-Wert von Derivaten 230
Dehydrogenase-Aktivität, spektrophotometrische Bestimmung in grünen Suspensionen 320
Den, siehe Diäthylentriamin
Destillationsapparatur, aus Pyrexglas 121; rotierende Destillationseinrichtung 121
Desoxyzucker, Nachweis auf Papierchromatogrammen 235
Dextran, Untersuchung von verzweigtem und unverzweigtem Dextran 235
Diacetyl, Bestimmung in Butter 307; Bestimmung bei der Gärung mit Bacterium coli 160
Diacetylbishydrazon, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 228
Diacetylmonohydrazon, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 228
Diäthanolamin, Analyse eines Gemisches mit Mono- und Triäthanolamin 233; Bestimmung von Äthanolamin in Diäthanolamin 226
2-Diäthylaminoäthanol, Bestimmung 43
p-Diäthylaminobenzoldiazoniumchlorid Bestimmung nach der Chrom(II)-chloridmethode 443
Diäthylenglykol, Abtrennung durch Ionenaustauschchromatographie 232
Diäthylentriamin, Stabilitätskonstanten verschiedener Metallkomplexe 260
Diäthylketon, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 228
Diäthylstilbendiol, volumetrische Bestimmung 79
Diäthylstilbendioldipropionat, volumetrische Bestimmung 79
Diäthylzinnverbindungen, colorimetrische Bestimmung 289
Dial, Nachweis 77
Dialkyldithiophosphorsäuren als analytische Reagentien 39
4,4′-Diamino-diphenyl-disulfimid als Urtitersubstanz 266
Diaryl-disulfimide als Urtitersubstanzen 266
Diaryl-dithiophosphorsäuren als analytische Reagentien 39
Diazoniumverbindungen, Bestimmung nach der Chrom(II)-chloridmethode 443
Dibenzoylmethan zur Bestimmung von Uran 134
3,4-(1′,3′-Dibenzyl-2′-ketoimidazolido)-1,2-trimethylen-thiophenium-D-camphersulfonat, amperometrische Bestimmung 400
Dibromhydroxychinolate bei der vanadometrischen Bestimmung von Metallen 38
Dibutil, Bestimmung 79
Dibutylamin, Bestimmung 43
Dicaprol, Bestimmung mit Jodmonochlorid 366
1,2-Dichloräthan, Bestimmung in Abwasser 52
4,4′-Dichlor-diphenyl-disulfimid als Urtitersubstanz 266
Dichlormethan, Bestimmung im Abwasser 52
1,2-Dichlorpropan, Bestimmung in Abwässern 52
Differentialtitration zur Bestimmung von Silber 192
Difluordiphenylketon, Bestimmung von Sauerstoff 218
Digalakturonsäure, Nachweis 442
Diglycerin, flüssige Phase in der Gaschromatographie 203
1,2-Dihydronaphthalin-1,2-diol, Farbreaktion und R_f-Wert 319
1,2-Dihydro-1-naphthylglucuronsäure, R_f-Wert und Farbreaktion 319
1,2-Dihydro-2-oxy-1-naphthylglucuronsäure, R_f-Wert und Farbreaktion 319
Dihydroxyaceton, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 228
3,4-Dihydroxyazobenzol-4′-sulfonsäure, Verwendung als Metallfarbindicator 209
3,4-Dihydroxy-4′-nitroazobenzol, Verwendung als Metallfarbindicator 209
Diisopropyläther, Bestimmung in binären Mischungen 205
5,7-Dijod-8-hydroxychinolin, thermische Zersetzung der Chelate mit Metallen 44
Dijodoxin, Zersetzung der Chelate mit Metallen 44
1,2-Dimercaptopropanol, Bestimmung mit Jodmonochlorid 366
4-Dimethylamino-2,3-dimethyl-1-phenylpyrazol-5-on, Titration in nichtwäßriger Lösung 339
Dimethylformamid, flüssige Phase in der Gaschromatographie 203
Dimethylglyoxim zur heterometrischen Bestimmung von Palladium 137
2,4-Dimethylpentylhydroperoxyd, Bestimmung 224
2,9-Dimethyl-1,10-phenanthrolin, zur Bestimmung von Kupfer in Germaniumdioxyd 385
Di-β-naphthylthiocarbazon, Eigenschaften der Wismut- und Nickel-Komplexe 44

Dinatriumdihydrogen-Äthylendiamintetraacetat, Anwendung im Eisenhüttenlaboratorium 65
Dinitrobenzoylderivate zur Identifizierung von Aminen 225
2,4-Dinitro-1,6-dinitrosobenzol, Reaktion mit Alkaloiden und synthetischen Basen 139
3,3′-Dinitro-diphenyl-disulfimid als Urtitersubstanz 266
2,4-Dinitronaphthol-7-sulfonsäure, Reaktion mit Alkaloiden und synthetischen Basen 139
Dinitrophenylhydrazin, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 228
2,4-Dinitrophenylhydrazone zur papierchromatographischen Trennung von Aldehyden und Ketonen 227; von p-Phenylphenacylestern zur Identifizierung organischer Säuren 229
Dinonylphthalat, flüssige Phase in der Gaschromatographie 203
4,4′-Dioxy-diphenyl-disulfimid als Urtitersubstanz 266
Dioxyweinsäure und Uranylacetat zur Fällung von Berberinum sulfuricum 139
Diphensäure, Thermolysekurve der Verbindung mit Zirkonium 290
1,1-Diphenyläthanhydroperoxyd, Bestimmung der Peroxydzahl 389
Diphenylamin, Analyse in Gemischen 363
Diphenyl-disulfimid als Urtitersubstanz 266
Diphenylin, Identifizierung 444
1,2-Diphenyl-1-methoxy-2-acetaminoäthan, azotometrische Untersuchung 223
Diphosphat, papierchromatographische Abtrennung 247; papierelektrophoretische Abtrennung 247
Dipikrylamino-Natrium zur Reaktion mit Alkaloiden und synthetischen Basen 139
Dipropylbarbitursäure, Nachweis 77
α-α′-Dipyridyl zur Bestimmung von Eisen(II) 294
Disulfide, Bestimmung organischer Disulfide 231
Dithioäther, Bestimmung 43
Dodecansäure, R-Wert von Derivaten 230
Dodecylaldehyd, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 227
Dodecyldimethyl-Benzylammoniumchlorid, Bestimmung 227
Dodecylpyridiniumbromid, Titration mit Natriumdodecylsulfat 445
Dolomit, Bestimmung von CaO und MgO 65
Dosen, Bestimmung von Zinn aus den Dosen in Nahrungsmitteln 296
Dromoranum tartaricum, Kristallreaktionen 140
Druckfehlerberichtigung 320
Dünger, Bestimmung des Nitratstickstoffs 70
Düngerproben, Bestimmung der organischen Substanz 69
Dulcin, Nachweis in Lebensmitteln 312
Durchlässigkeitsmessungen mit einem Spektralphotometer mit zwei Quarzmonochromatoren 119
Dysprosium, Abtrennung durch Ionenaustausch 129

Edelgase, Analyse 48; Bestimmung in Mineralwässern 49/50
Eis, Nachweis von Dulcin in Stoffen zur Herstellung 312
Eisen, Redoxpotential von Eisen(II) zu Eisen(III) 21; Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210; biologische Anreicherung 35; Bestimmung 363; spektrochemische Bestimmung 66; vanadometrische Bestimmung 38; Bestimmung mit α,α′-Dipyridyl oder 1,10-Phenanthrolin 294; Abtrennung geringer Magnesiummengen mit Ammoniumsulfid 356; Bestimmung mit α,α′-Dipyridyl in natürlichen Wässern 51; in Erzen und Schlacken 383; in Rein- und Elektrolytkupfer 372; in Be- und Th-Verbindungen 200; in Produkten der Kobaltgewinnung 377; von Fe(II) und Fe(III) in Eisenbeizlösungen 67; Störung bei der Magnesiumbestimmung 126; bei der Quecksilber-Bestimmung 128; bei der heterometrischen Palladiumbestimmung 138; Bestimmung von Aluminium 374; von Germanium neben großen Eisenmengen 288; von Kobalt neben Eisen in verschiedenen Produkten 358, 359; siehe auch Gußeisen
α-Eisen, Ermittlung kleiner Kohlenstoff- und Stickstoffgehalte durch Dämpfungsmessung 62.
Eisen(II), Farbreaktion 365; Reduktion von Eisen(III) zu Eisen(II) 294; spektrophotometrische Konstante von Chelatkomplexen 43; Stabilitätskonstanten verschiedener Polyaminkomplexe 260; polarographische Untersuchung des Komplexes mit Pontachromviolett SW 211; Bestimmung in Chromit und anderen Spinellen 383

Eisen(III), thermische Zersetzung von Chelaten 44; Reduktion zu Eisen(II) 294; papierchromatographische Bestimmung 431; R_f-Wert 96; coulometrische Titration 294; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 5; Titration von Arsenationen in Gegenwart von Eisen(III) 14
Eisen(II) und Titan(III) zur Bestimmung von Stickstoff in Sprengstoff 68
Eisen(II)-ammoniumsulfat, Bestimmung 39
Eisenbeizlösungen, Analyse 67.
Eisenhüttenlaboratorium, Anwendung von Dinatriumdihydrogenäthylendiamintetraacetat 65
Eisen(III)-ionen, chelatometrische Bestimmung neben Aluminiumionen 321
Eisenkiese, Bestimmung von Kobalt 359
Eisenlegierungen, Bestimmung von Molybdän 64; von Kobalt 375
Eisenmetalle, Vakuumschmelzapparatur zur Bestimmung von Gasen 60
Eisenoxyd, Analyse mit Hilfe von Elektronenbeugung 360
Eisen(III)-perjodat, Untersuchung über die Mitfällungen 212
Eisen(III)-rhodanid-Indicator in der Chelatometrie 7
Eisen(III)-salze zur Standardisierung von Chrom(II)-lösungen 20
Eisen(II)-sulfat, Nachweis von Chlor 425
Eiweißstoffe, Bestimmung von Stickstoff 387; chromatographische Trennung basischer Aminosäuren an Ionenaustauschern 152; Bestimmung in Fleisch und Leber 309
Elektroden. Herstellung von Kathoden für thermische Ionenemission 66; Indicatorelektroden aus natürlichen Mineralien zur Bestimmung von Metallen als Sulfiden 31; Darstellung von Argentitelektroden 32; Verhalten verschiedener Metallelektroden bei Titrationen mit ÄDTA-Lösungen 120; Palladium-Wasserstoffelektroden als p_H-Indicatoren 368; Platin- und Quecksilberelektroden bei der polarographischen Reduktion von Permanganat 136
Elektrolytkupfer, siehe Kupfer
Elektrometrische Meßmethoden, siehe Physikalisch-chemische Untersuchungsmethoden, Band 1 (Beyer) 199 [L]
Elementaranalyse, Verwendung des Zersetzungsproduktes von Silberpermanganat 222; Apparatur zur Bestimmung von Zentigrammengen von Kohlenstoff und Wasserstoff 214; spezifischer Mikronachweis von Kohlenstoff in organischen und anorganischen Verbindungen 213; Mikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 215; gleichzeitige Bestimmung von Kohlenstoff, Wasserstoff und Schwefel 216; Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Fluorverbindungen 215; gleichzeitige Bestimmung von Kohlenstoff, Wasserstoff und Fluor 440, 441; Bestimmung von Silicium in siliciumorganischen Verbindungen 221; von Stickstoff nach DUMAS 216; Modifikation 217; von Stickstoff nach Kjeldahl 438, 439; Mikro- und Halbmikrobestimmung von Stickstoff 438; Sauerstoffbestimmung in fluorhaltigen organischen Verbindungen 217; Bestimmung von Schwefel 439; von Schwefel in organischen Substanzen 218, 439; von Schwefel in metallhaltigen organischen Substanzen 440; von Halogenen in organischen Substanzen 218, 440; durch doppelte Verbrennung 219; Mikrobestimmung von Fluor in organischen Verbindungen 220, 221; von Chlor in organischen Verbindungen 218
Emaille, Bestimmung von Bor 385
Emetin, Identifizierung und Abtrennung 144
Emulsionen, Bestimmung von Silber durch Differentialtitration 194
Enzyme, infrarotspektroskopische Analyse 235
Eosin, Titration mit Titan(III)- und Chrom(II)-salzen 190
Ephedrin, Bestimmung mit Natriumtetraphenyloborat 395
Erbium, Abtrennung durch Ionenaustausch 129
Erdalkalimetalle, Bestimmung mit verschiedenen Metallfarbindicatoren 210; Mikrokristallfällungen 34; elektrochromatographische Trennung 123; von Alkalikationen 123
Erdbeeren, Nachweis von Säuren und Zuckern in tiefgefrorenen und aufgetauten Erdbeeren 298
Erdöl, Auftrennung der C_{18}-C_{25}- Fraktion 387; Bestimmung von Schwefel 292; kleiner Halogenmengen 392; kleiner Mengen Chlor 393

Erdöldestillate, Bestimmung von Stickstoff 391; von organisch gebundenem Chlor 394
Ergobasin, Bestimmung 145
Ergobasinin, Bestimmung 145
Ergocornin, Bestimmung 145, 146; papierchromatographische Bestimmung 396
Ergocorninin, Bestimmung 145; Charakterisierung 146
Ergocristin, Bestimmung 145, 146, 396
Ergocristinin, Bestimmung 145
Ergokryptin, Bestimmung 145, 146, 396
Ergokryptinin, Bestimmung 145
Ergokryptopinin, Charakterisierung 146
Ergometrinmaleat, Halbmikrobestimmung 146
Ergosin, Bestimmung 145, 146
Ergosinin, Bestimmung 145; Charakterisierung 146
Ergotamin, Bestimmung 145, 146
Ergotaminbitartrat, Halbmikrobestimmung 146
Ergotamingruppe, papierchromatographische Trennung 396
Ergotaminin, Bestimmung 145
Ergotamintartrat, Halbmikrobestimmung 146
Ergothionein, mikroskopische Untersuchung und Identifizierung 397
Ergotinin, Bestimmung 396
Ergotoxin, Bestimmung der Alkaloide der Ergotoxingruppe 145
Eriochromrot B, Indicator in der Chelatometrie 13
Erythromycin, colorimetrische Bestimmung 399
Erze, Bestimmung von Lithium 281; von Kupfer 55; von Cu, Zn, Pb und Cd 378; von Gold 380; von Beryllium 380; von Germanium 380; von Zirkonium 452; von Uran 381; von Eisen 383
Essigsäure, acidimetrische Titrationen in wasserfreier Essigsäure 367; Identifizierung mit Hilfe des 2,4-Dinitrophenylhydrazons des p-Phenylphenacylesters 229; R_f-Wert 299; R-Wert von Derivaten 230; Analyse eines Gemisches mit Acetylchlorid 231; Bestimmung im Tabakrauch 71; bei der Gärung mit Bacterium coli 160; Bestimmung kleinster Mengen Wasser 455; von Essigsäureanhydrid in Essigsäure 455
Essigsäureanhydrid, Bestimmung in Essigsäure 455
Ester, Nachweis von Ameisensäureestern neben anderen Säureestern speziell Carbonsäureestern 230
Europium, Abtrennung durch Ionenaustausch 129
Evipan, Nachweis 77
Extraktionsapparat, kontinuierlich arbeitender Ätherextraktionsapparat 369; kontinuierlich arbeitender Extraktionsapparat für Flüssigkeiten, die schwerer als Wasser sind 121

Farbstoffe, Bestimmung durch Extraktion und Chromatographie an Tonerde 447; Extraktion fettlöslicher und wasserlöslicher Farbstoffe aus Lebensmitteln 448; Reduktion mit Chrom(II)-salzen 189; Nachweis in Marmeladen, eingemachten Früchten und Süßmosten 446
Fast Grey R. A., colorimetrisches Reagens 1, 103, 109
Federmechanismus zum schnellen Verschließen von Reagensgläsern 122
Feinchemikalien, Nachweis von Spuren Chlorid 421
Ferrat(VI), Analyse 294
Ferromolybdän, Bestimmung von Cu und Mo 379
Ferrosilicium, Bestimmung von Silicium 62
Festigkeitsprüfgerät für Lebensmittel 295
Festkörper, Infrarotbestimmung in Kaliumbromidpreßlingen 202
Fett, Nachweis von Fremdfett in Schokoladen 447; Bestimmung von Carbonsäureestern 299
Fettsäurechlorid, Analyse eines Gemisches mit Stearinsäure 231
Fettsäuren, Infrarotbestimmung in Aluminiumseifen 202; Bestimmung in Gemischen mit Harzsäuren 459
Filmmaterial, Silberbestimmung durch Differentialtitration 194
Fischereiprodukte, Bestimmung der Ranzidität 309
Fischfleisch, Bestimmung von Basen und Säuren 309
Fischmehl, Bestimmung kleiner Mengen Nitrit 310
Flammenphotometrie, Übersichtsreferat über die Grundlagen und Anwendungen 117; Verwendung für Serienanalysen 118; additive und multiplikative Störungen bei Analysen durch fremde anwesende Anionen und Kationen 201, 202;
Flammenspektrophotometrie bei der Untersuchung von Plasma und Geweben 148; Untersuchung von pflanzlichem Material 459

Flaviansäure, Reaktion mit Alkaloiden und synthetischen Basen 139
Flavinadenin-dinucleotid, polarographisches Verhalten 159
Fleisch, Bestimmung des Eiweißgehaltes 309; siehe auch Fischfleisch, Frischfleisch sowie Geflügelfleisch, Hammelfleisch, Rinderfleisch und Ziegenfleisch
Fleischwaren, Bestimmung von Nitrit, Nitrat und Kochsalz 182; von Kaliumnitrat 187; Nachweis von Dulcin 312
Fluoborate zur gewichtsanalytischen Bestimmung von Alkalimetallen 280
Fluor, Bestimmung mit Triphenylzinnchlorid 292; nach Willard und Winter 121; mit dem Alizarin-Zirkoniumkomplex in Gegenwart von Phosphationen (in natürlichen Phosphaten) 382; Bestimmung in Mineralwässern 50; in organischen Verbindungen 220; in organischen Fluorverbindungen 221; Bestimmung neben Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Substanzen 440; gleichzeitige Bestimmung mit C und H in organischen Substanzen 441
Fluoracetanilid, Bestimmung von Sauerstoff 218
Fluoresceinkomplexon, Verwendung als Metallfarbindicator 210
Fluorescenzmessungen mit einem Spektralphotometer mit zwei Quarzmonochromatoren 119
Fluoressigsäureamid, Bestimmung von Sauerstoff 218
Fluorid, Nachweis 33, 34; Trennung von Phosphat 293; Bestimmung in Arzneimitteln 73
Fluorverbindungen, Zersetzung organischer Fluorverbindungen durch Verbrennung in der Knallgasflamme 221; Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Fluorverbindungen 215
Fluorwasserstoff, Bestimmung 66
Formaldehyd, papierchromatographische Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 227; Bestimmung im Gewebe 152
Formaldehyd-Harnstoffharz, Bestimmung in Anstrichstoffen 395
Formamid zur Bestimmung von Aminen auf Papierchromatogrammen 225
Formiat, Nachweis 33
Fremdfett, siehe Fett
Frischfleisch, Bestimmung von Kaliumnitrat 187
Fruchtaromen, Bestimmung von Carbonsäureestern 299
Fruchtsäfte, Nachweis von Dulcin 312; Bestimmung von Carbonsäureestern 299
Fructose, Nachweis in Obstsorten und R_f-Wert 297
Früchte, Nachweis von Farbstoffen in eingemachten Früchten 446
Furadantintabletten, Bestimmung von Nitrofurfurylidenaminohydantoin 75
Fural, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 227
Furan, Bestimmung im Tabakrauch 73
Furoxan, Reaktion mit Alkaloiden und synthetischen Basen 139
Futtermittel, Analyse synthetischer sauerstoffhaltiger Carotinoide 449; mikrobiologische Bestimmung von Penicillin 398

Gadolinium, Abtrennung durch Ionenaustausch 129
Gärung-Bilanzstudien mit Bacterium coli 160
Galakturonsäure, Nachweis 441, 442
Galenische Präparate, Identifizierung und Trennung von Chinabasen 144
Gallium, spektralphotometrische Bestimmung mit Aluminon 286; vanadametrische Bestimmung 38; R_f-Wert 96
Galvanische Bäder, Analyse (Langford) 45 [L]
Gantrisin-Substanz, Kristallreaktion 140
Gasanalyse, neue Wege 362; Leitfähigkeitsgerät zur Bestimmung von Kohlenstoff im Stahl 62
Gaschromatographie, ausführliche Bibliographie 202; Standardisierung der Nomenklatur und Methoden 203; Standardsubstanzen 203; Probeneinlaßsystem 203; Strahlungsempfänger 204
Gase, Analyse in Mineralwässern 49; Schmelzapparatur zur Bestimmung in Eisenmetallen 60
Gasöl, Auftrennung der C_{18}—C_{25}-Fraktion 387
Gebrauchswasser, siehe Wasser
Geflügelfleisch, Bestimmung des Eiweißgehaltes 309
Geflügelleber, Bestimmung des Eiweißgehaltes 309
Gehirn, Bestimmung von Ascorbinsäure und ihren oxydierten Formen 463

Gemüse, Nachweis und Bestimmung von Zuckern und Säuren 297, 298
Germanium, Stabilität von 4 Heteropolysäuren 129; photometrische Bestimmung 129; papierchromatographische Bestimmung 430; vanadometrische Bestimmung 38; Bestimmung neben großen Mengen anderer Elemente 288; Bestimmung in Erzen 380; Mikrobestimmung von Arsen und Antimon in hochgereinigtem Germanium 373
Germaniumdioxyd, Bestimmung kleinster Kupfergehalte 385; Mikrobestimmung von Arsen und Antimon 373
Germanomolybdänsäure, Stabilität 130
Germano-Vanadomolybdänsäure, Stabilität 130; bei der Germaniumbestimmung 129
Germano-Vanadowolframsäure, Stabilität 130
Germanowolframsäure, Stabilität 129
Gesamtkohlensäure, siehe Kohlensäure
Gesamtschwefel, siehe Schwefel
Geschmack, Nachweis von Säuren und Zuckern in Obstsorten im Zusammenhang mit dem Geschmack 298
Getränke, Nachweis von Dulcin in alkoholischen und akloholfreien Getränken 312
Gewebe, Bestimmung von Alkali- und Erdalkalimetallen 148; von Methionin und Formaldehyd 152; von Ribonucleinsäure 159; von Oestradiol und Oestron 462
Gewichtsveränderungen, automatische Aufzeichnung 120
Gläser, Bestimmung von Natrium und Kalium 386; von Chlor 135; von Kobalt 359
Glasur, Bestimmung von Bor 385
Glucose, papierchromatographische Bestimmung in Zuckergemischen und im Honig 300; Nachweis in Obstsorten und R_f-Wert 297
Glucuronsäure, Nachweis 442; papierchromatographischer Nachweis 441
Glucuronsäurelacton, Nachweis 442
Glutamin, Nachweis im Zigarettenrauch 72
Glutaminsäure, Nachweis im Zigarettenrauch 72; Bestimmung in Proteinhydrolysaten 150
γ-Glutaminyltranspeptidase, Aktivitätsbestimmung 160
Glutathion, Nachweis 155
Glycerin, Abtrennung durch Ionenaustauschchromatographie 232; Trennung von Äthylenglykol durch azeotrope Destillation 231
Glycin, Bestimmung 225; in Proteinhydrolysaten 150
Glykogen, Bestimmung 156
Glykole, polarographische Bestimmung der Oxydationsgeschwindigkeit epimerer offenkettiger Glykole 232
Glykolgemische, Trennung durch Ionenaustauschchromatographie 232; Trennung und Bestimmung durch azeotrope Destillation 231
Gold, Analyse mit Hilfe von Elektronenbeugung 361; papierelektrophoretische Abtrennung 205; Titration mit Hydrochinonlösung in Erzen und Schlämmen 380
Gold(III), papierchromatographische Bestimmung 430
Graham'sches Salz, papierchromatographische Trennung 247; papierelektrophoretische Untersuchung 247
Graphit-Metall-Lichtbogenverfahren zur Analyse von Nickellegierungen 66
Grauguß, Bestimmung von Kohlenstoff 61
Grüne Suspensionen, Bestimmung der Dehydrogenase-Aktivität 320
Grundwasser, Bestimmung von Sulfat 51
Gruppen, photometrische Bestimmung 41
Guanidingruppen, Bestimmung 225
Gusathion, Untersuchung 70
Gußeisen, Bestimmung von Kupfer 451; von Silicium 375

Härte, Bestimmung im Wasser 315
Hafnium, Trennung von Zirkonium 130
Halogene, Bestimmung in organischen Substanzen 218, 440; durch doppelte Verbrennung 219; spektralphotometrische Bestimmung in schweren Kohlenwasserstoffen und Katalysatoren 392
Halogenide, indirekte flammenphotometrische Bestimmung 134
Hammelfleisch, Bestimmung des Eiweißgehaltes 309
Harn, Bestimmung der Stoffwechselprodukte von Naphthalin im Rattenharn 319; Differenzierung von Schlafmitteln 317; Trennung der Indole durch zweidimensionale Papierchromatographie 157; Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin 460; siehe auch Urin
Harnextrakte, Untersuchung der Aminosäuren 155

Harnindole, Trennung und Charakterisierung 157; zweidimensionale Papierchromatographie 157
Harnstoff, Titration mit Perchlorsäure 37
Harnstoff-Formaldehydharz, Bestimmung in Anstrichstoffen 395
Harzsäuren, Bestimmung in Gemischen mit Fettsäuren 459
Hefe siehe Trockenhefe
Heizöl, Bestimmung von Bleispuren 390
Heptansäure, R-Wert von Derivaten 230
Heptaphosphat, Bestimmung 84; papierchromatographische Abtrennung 247
Heptobarbital, Nachweis 77
Heptylsäure, Bestimmung im Tabakrauch 71
Herba Belladonnae, Trennung der Alkaloide 141
Herba Hyoscyami, Trennung der Alkaloide 141
Herba Lobeliae, Trennung der Alkaloide 141
Hexacyanoferrat(III), durch Osmiumtetroxyd katalysierte Reaktion mit Natriumarsenit 212; Bestimmung 212; siehe auch Cyanoferrat(III)
Hexacyanoferrat(III)-lösung, zur Bestimmung von Cer(III) 288
n-Hexadecan, flüssige Phase in der Gaschromatographie 203
Hexadecansäure, R-Wert von Derivaten 230
Hexametaphosphat, papierchromatographische Abtrennung 247
4,4′, 4″,-Hexamethyltriaminotriphenylmethan, siehe Kristallviolett
n-Hexan, gaschromatographische Bestimmung in n-Octan 204
Hexane, Bestimmung in Gemischen mit Olefinen 389
Hexansäure, R-Wert von Derivaten 230
Hexaphosphat, Bestimmung 84
Hexaphosphorsäureester des Mesoinosits in der analytischen Chemie des Thoriums 131
Hexene, Bestimmung in Gemischen durch Jodzahl 389
Hexen-1-on-5, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 228
Hexobarbital, Nachweis 77
n-Hexylaldehyd, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 227
Histamin, Bestimmung kleiner Mengen neben viel Histidin 154
Histidin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 150; Bestimmung durch Ionenaustausch im Hydrolysat von Eiweißstoffen 152; Bestimmung kleiner Mengen Histamin neben viel Histidin 154; Mikrobestimmung von Tyrosin neben Histidin 153
Histidindihydrochlorid, Analyse an Ionenaustauschersäulen 151
Hochofenschlacke, Bestimmung von CaO und MgO 66
Hochspannungselektrophorese kondensierter Phosphate und Metaphosphate 241
Hochspannungspherographie zur Analyse von Aminosäuren in Proteinhydrolysaten 149
Holmium, Abtrennung durch Ionenaustausch 129
Homocystein, papierchromatographischer Nachweis 152
Honig, Bestimmung von Glucose 300
Hydrastin, Bestimmung 142
Hydrastinium hydrochloricum, Kristallreaktion 140
Hydrastisalkaloide, Trennung 141
Hydrate, thermogravimetrische Untersuchung komplexer Mischungen von Hydraten 364
Hydrazin, Farbreaktion mit 2-Nitroindandion-1,3 290
Hydrazinverbindungen bei der Bestimmung von Diazoniumverbindungen nach der Chrom(II)-chloridmethode 443
Hydrochinon, Bestimmung 39; Titration in nichtwäßrigem Medium 237
Hydrocortison, Extraktion mit kontinuierlich arbeitendem Extraktionsapparat 121
Hydrocotarnin, nichtwäßrige Titration 144
Hydroperoxyde, potentiometrische Titration in wasserfreiem Äthylendiamin 224
3-Hydroxyanthranilsäure, Bestimmung 154
p-Hydroxybenzoesäure, Bestimmung von Estern in Arznei- und Lebensmitteln 78
Hydroxycarbonsäuren, Bestimmung der Anilide von Hydroxycarbonsäuren 237
8-Hydroxychinolin, Thermolysekurve der Verbindung mit Zirkonium 290 Bestimmung mit Jodmonochlorid 366
8-Hydroxychinolin-Kaliumsulfat, Bestimmung in Salben und Suppositorien 395
3-Hydroxy-1-p-chlorophenyl-3-phenyltriazin als Titanreagens 125

3-Hydroxy-1,3-diphenyltriazin als Kupfer- und Nickelreagens 125
3-Hydroxykynurenin, Bestimmung 154
Hydroxylamin, Bestimmung mit Cyanoferrat(III) 116; Bestimmung kleiner Mengen 131
β-Hydroxy-α-naphthaldehyd zur gravimetrischen Bestimmung von Beryllium 283
3-Hydroxy-2-naphthoesäuren, Bestimmung der Arylamide 237
7-Hydroxyphenoxazon(2)-10-oxyd, analytisches Reagens 365
5-Hydroxytryptamin, Charakterisierung und Trennung 157
Hygroskopizitätskurve, Aufzeichnung der Hygroskopizitätskurve von Bariumperchlorat mit Hilfe der automatischen Bestimmung von Gewichtsveränderungen 120
Hyoscyaminalkaloide, Trennung durch Ionenaustausch 141
Hyoscyamus-Alkaloide, elektrophoretische Bestimmung 143
Hypochlorit, Nachweis 33

Indicatoren, Theorie der Metallfarbindicatoren 209; photometrische Bestimmung von Indicatorendpunkten 36; Brenzcatechinviolett in der colorimetrischen Analyse 41; Brasilin als Säure-Base-Indicator 37; Redoxindicatoren zur Bestimmung von Liganden durch Umsetzung ihrer Kobalt(III)-komplexe 43; Farbindicatoren bei der Standardisierung von Chrom(II)-lösungen 20
Palladium-Wasserstoff-Elektroden als p_H-Indicatoren 368
Indicatorendpunkte, photometrische Bestimmung 36
Indicatorröhren zur Bestimmung von Kohlenoxyd in der Luft 47
Indigo, Titration mit Titan(III)- und Chrom(II)-salzen 190
Indium, R_f-Wert 96; polarographische Bestimmung 287
Indole, papierchromatographische Trennung im Harn 157
Indolkörper, papierchromatographischer Nachweis 157
Infrarotspektroskopie, qualitative Infrarotmikrospektroskopie 118; Übersicht über den apparativen, experimentellen und analytischen Stand 118
Verwendung zur Identifizierung von Steroiden 461
Injektionslösungen von Casein-Hydrolysaten, Bestimmung von Kupfer und Zink 73
Inosit-Phosphorsäureester, papierchromatographische Trennung 461
Instrumente für schnelle spektrochemische Analysen 199
Insulin, chromatographische Untersuchung an Calciumphosphatsäulen 462
Insulinpräparate, papierchromatographische Untersuchung 463
Ionen, siehe anorganische Ionen
Ionenaustausch, neues Trennungsverfahren mit Hilfe von Ionenaustausch und Chelatbildung 364
Ionenaustauscher in der organischen Analyse 223
Ionenemission, Herstellung von Kathoden für thermische Ionenemission 66
Ipecacuanhaalkaloide, Trennung 141, 142
Iridium, empfindliche spektralphotometrische Bestimmung 138; papierchromatographische Bestimmung 430; papierelektrophoretische Abtrennung 205
Isobuttersäure, Identifizierung mit Hilfe des 2,4-Dinitrophenylhydrazons des p-Phenylphenacylesters 229; R-Wert von Derivaten 230; Bestimmung im Tabakrauch 71.
Isobutylen, Bestimmung im Tabakrauch 73
Isobutyraldehyd, Infrarotspektrum 119; Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 227
Isochinolin, Bestimmung neben Chinolin und Chinaldin 42
Isohexansäure, Nachweis mit Hilfe des 2,4-Dinitrophenylhydrazons des p-Phenylphenacylesters 229; R-Wert von Derivaten 230
Isoleucin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 150
Isolysergsäure, Bestimmung 145
Isomere, Analyse durch Gegenstromverteilung 444
Isoniazid, Bestimmung neben PAS-Natrium in pharmazeutischen Präparaten 80
Isooctylphenoxyäthoxyäthyldimethylbenzylammoniumchlorid, Bestimmung 227
Isopentan, Bestimmung in Gemischen mit Olefinen 389
Isopentene, Bestimmung in Gemischen durch Jodzahl 389
Isovaleraldehyd, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 227

Isovaleriansäure, Nachweis mit Hilfe des 2,4-Dinitrophenylhydrazons des p-Phenylphenacylesters 229; R_f-Wert 299; R-Wert von Derivaten 230; Bestimmung im Tabakrauch 71

Jod, indirekte flammenphotometrische Bestimmung in Gegenwart von Brom und Chlor 135; Bestimmung in schweren Kohlenwasserstoffen und Katalysatoren 392
Jodid, Farbreaktion 365; Nachweis 34; Nachweisgrenze 135; coulometrische Bestimmung 293; jodometrische Bestimmung 135; Bestimmung in Mineralwässern 50
Jodmonochlorid, Verwendung in der Maßanalyse 365
Jodometrie, verbesserte Endpunktsbestimmung 37
Jodzahlen, Bestimmung in einigen Kohlenwasserstoffen mit 5 und 6 C-Atomen 388
Joghurt, Nachweis von Dulcin 312

Kaffee-Extrakte, Nachweis von synthetischen Aromen, Zichorie und Karamelstoff 447
Kakao, Bestimmung von Schalen 313
Kalignost, Reaktion mit Alkaloiden und synthetischen Basen 139
Kalium, Mikrokristallfällung 34; spektralanalytische Bestimmung 200; papierchromatographische Bestimmung 433; R_f-Wert 280; Bestimmung als schwerlösliches Doppelsalz $5Cd_2Fe(CN)_6 \cdot 4K_4Fe(CN)_6$ 124; elektrochromatographische Abtrennung 123; flammenphotometrische Bestimmung in verschiedenen Produkten 117; Bestimmung in Mineralwässern 50; in Be- und Th-Verbindungen 200; in Gläsern 386; im Schießpulver 453; in pharmazeutisch wichtigen Kaliumsalzen 396; in Plasma und Gewebe 148; Bestimmung von Kobalt neben Kalium in Gläsern 359
Kaliumbromidpreßlinge, Infrarotbestimmung von Festkörpern 202
Kaliumchlorid, Störungen bei der flammenphotometrischen Analyse 201; flammenphotometrische Serienbestimmung von Natrium 118
Kaliumchloridlösung, maßanalytische Bestimmung von Chlor 135
Kaliumchloridschmelzen, Bestimmung von zwei- und dreiwertigem Titan 384
Kaliumcyanid, Nachweis von Chlor 425
Kaliumcyanoferrat(II), Bestimmung von Kupfer in ammoniakalischer Lösung 281
Kaliumdichromat, Nachweis von Chlor 425
Kaliumhexacyanoferrat, Nachweis von Chlor 425
Kaliummethoxyd-Maßlösung, Titerstellung 38
Kaliumnitrat, Bestimmung in Fleischwaren, Würsten und Laken 187
Kaliumoxyd, konduktometrische Titration 33
Kaliumperchlorat, Analyse von Gemischen mit Aluminium und Bariumnitrat 454
Kaliumrhodanid, Bestimmung 39; Standard bei der Infrarotuntersuchung von Polyvinylpolymerisaten 202; Nachweis von Chlor 425
Kaliumsalze, Bestimmung von Kaliumionen in pharmazeutisch wichtigen Kaliumsalzen 396
Kaliumtetraborat, Urtitersubstanz in der Acidimetrie 38
Kaliumtetrarhodanomercurat(II), zur Titration von Metallen 126
Kaliumthiocyanat, siehe Kaliumrhodanid
Kalk, Bestimmung von CaO und MgO 65; von freiem Kalk in Schlacken und Thomasmehl 66
Kaltwellpräparate, Nachweis oberflächenaktiver quaternärer Ammoniumverbindungen 458
Kamillenblüten, Bestimmung der ätherischen Öle 74
Kaptax, Bestimmung von Mercaptobenzthiazol 367
Karamelstoffe, Nachweis in Kaffeeextrakten 447
Karl-Fischer-Titrationen, Durchführung nach der Dead-stop-Methode 33; zur Wasserbestimmung in Komplexverbindungen 40
Kartoffelextrakte, Untersuchung der Aminosäuren 155
Kartoffeln, Bestimmung der Trockensubstanz und des Stärkegehaltes 301
Katalysatoren, Bestimmung kleiner Mengen von Halogenen 392
Kathoden, Herstellung von Kathoden für thermische Ionenemission 66
Kationen, papierchromatographische Trennung 92, 161, 429; multiplikative und additive Störungen bei flammenphotometrischen Bestimmungen 201
Ketone, papierchromatographische Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazone 227

Δ^4-3-Ketosteroide, spektrophotometrische Bestimmung 461
Kiesabbrände, Bestimmung von Schwefel 440
Kieselsäure-Aluminiumoxyd-Crackkatalysatoren, Bestimmung kleiner Halogenmengen 392
Kobalt, Anreicherung durch hochmolekulare Komplexbildner 36; Stabilitätskonstanten verschiedener Polyaminkomplexe 260; Farbreaktion 136, 350; Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210; Nachweis mit β-Naphthochinolin 295; Bestimmung 363; spektrochemische Bestimmung 66; photometrische Bestimmung als Tributylammoniumhexarhodanokobaltat(II) 358; papierchromatographische Bestimmung 431; R_f-Wert 96; R_f-Werte des Komplexes mit 1-Nitroso-2-hydroxy-3-naphthoesäure in verschiedenen Lösungsmittelsystemen 352; amperometrische Titration mit Kaliumtetrarhodanomercurat(II) 126; gravimetrische Bestimmung mit Benzimidazol 295; Bestimmung in Be- und Th-Verbindungen 200; in Eisenlegierungen 375; kleiner Mengen in Stahl und Nickellegierungen 65; Störung bei der Quecksilberbestimmung 128; Einfluß auf die komplexometrische Zinnbestimmung 289; auf die Zirkoniumbestimmung 5; Schnellbestimmung von Nickel 377
^{60}Kobalt, Trennung von radioaktivem Vitamin B_{12} 449
Kobalt(II), polarographische Untersuchung des Komplexes mit Pontachromviolett SW 211; spektrophotometrische Konstante von Chelatkomplexen 43
Kobaltgewinnung, Bestimmung von Eisen in Produkten der Kobaltgewinnung 377
Kobalthydroxyd, Schnellbestimmung von Nickel 377
Kobaltlake, Wasserbestimmung nach Karl Fischer 40
Kobaltkomplexe, Trennung 363
Kobalt(III)-komplexe, Bestimmung verschiedener Liganden 43
Kobaltoxyd, Schnellbestimmung von Nickel 377
Kochsalz, Bestimmung in verschiedenen Fleischwaren 188; in Fleischwaren und Laken 182
Koflermethoden in der Arzneimittelanalyse 138
Kohlen. Bestimmung von Stickstoff nach Kjeldahl 386
Kohlendioxyd, Bestimmung bei der Gärung mit Bacterium coli 160
Kohlenhydrate, colorimetrische Bestimmung mit dem Anthronreagens 156
Kohlenoxyd, Bestimmung in der Luft mit Indicatorröhren 47; Bestimmung kleiner Mengen in gasförmigen Kohlenwasserstoffen 48
Kohlensäure, Bestimmung der Gesamtkohlensäure in Mineralwässern 49
Kohlenstoff, Mikronachweis in anorganischen und organischen Verbindungen 213; Bestimmung in gereinigtem Schwefel 66; im α-Eisen durch Dämpfungsmessung 62; in Grauguß, Stahl und anderen Produkten 61; von organischen Kohlenstoff in Abwässern 51; Bestimmung in organischen Verbindungen 216; Zentigrammbestimmung in organischen Substanzen 214; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 215; Bestimmung in organischen Fluorverbindungen 215; neben Wasserstoff und Fluor in organischen Substanzen 440; gleichzeitige Bestimmung mit F und H in organischen Substanzen 441
Kohlenstoff-Fluoride, analytische Bestimmung in den Anodengasen des Aluminiumbades 48
Kohlenstoff=Kohlenstoff-Doppelbindung, Bestimmung 223
Kohlenwasserstoffe, Bestimmung gesättigter, olefinischer oder aromatischer Kohlenwasserstoffe in Leichtölen oder Petroleumdestillaten 387; Trennung von Aromaten von gesättigten und olefinischen Kohlenwasserstoffen 442; Bestimmung der Jodzahlen von Kohlenwasserstoffen mit 5 und 6 C-Atomen 388; geringer Kohlenoxydmengen in gasförmigen Kohlenwasserstoffen 48; von Halogenen in schweren Kohlenwasserstoffen 392; siehe auch aromatische Kohlenwasserstoffe
Kohlenwasserstoff-Fraktionen, Auftrennung der C_{18}-C_{25}-Fraktion im Erdöl 387
Kollektoren zur Bestimmung von Metallen 59
Komplexometrie siehe Chelatometrie
Komplexverbindungen, Bestimmung von Wasser nach Karl Fischer 40
Konduktometrie in gut leitenden Lösungen 33
Konfitüren, Nachweis von Dulcin 312

Konservierungsmittel, Nachweis in Marmelade 312
Konzentrate, Bestimmung von Cu, Zn, Pb und Cd 378
Kresole, Titration in nichtwäßrigem Medium 237; Bestimmung in Metaparakresol 457
Kresolorange, Verwendung als Metallfarbindicator 210
o-Kresolphthaleinkomplexon, Verwendung als Metallfarbindicator 210
m-Kresoxyessigsäure, Thermolysekurve der Verbindung mit Zirkonium 290
Kristallviolett bei der spektralphotometrischen Bestimmung von Iridium 138; Titration mit Titan(III)- und Chrom(II)-salzen 190
Kryptoxanthin, Analyse 449
Küvetten, Auswechselbarkeit in der Spektralphotometrie 274
Kupfer, thermische Zersetzung von Chelaten 44; Anreicherung durch hochmolekulare Komplexbildner 36; Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210; Stabilitätskonstanten verschiedener Polyaminkomplexe 260; Bestimmung der Zusammensetzung des Chelates mit Kupferron 210; Bestimmung 44, 363; mit Metallfarbindicatoren 209; spektrochemische Bestimmung 66; colorimetrische Bestimmung mit o-Aminobenzaldoxim 282; photometrische Titration reiner Kupferlösungen 254, 265; photometrische Bestimmung mit Thiosemicarbazid 282; spektrophotometrische Mikrobestimmung mit Fast Grey R. A. 103; papierchromatographische Bestimmung 430; Ultramikrobestimmung nach papierchromatographischer Entwicklung 124; R_f-Wert 96; potentiometrische Bestimmung mit Nickeldiäthyldithiophosphat 40; polarographische Bestimmung 290; amperometrische Titration mit Kaliumtetrarhodanomercurat(II) 126; vanadometrische Bestimmung 38; chelatometrische Bestimmung 211; Bestimmung in ammoniakalischer Lösung mit Kaliumcyanoferrat(II)-lösung 281; Bestimmung mit 3-Hydroxy-1,3-diphenyltriazin 125; indirekte Bestimmung durch Fällung mit Bismuton 366; polarographische Bestimmung in Tomatenmark 311; Bestimmung in Mineralien, Molybdänkonzentraten und Ferromolybdän 379; in Erzen und technischen Produkten 378; als Kupfer(I)-rhodanid in metallurgischen Produkten 450; Bestimmung in Bronzen, Stählen, Legierungen, Erzen und Mineralien 55; in Be- und Th-Verbindungen 200; in Germaniumdioxyd 385; im Stahl 60; in Injektionslösungen von Casein-Hydrolysaten 73; Störung bei der Magnesiumbestimmung 126; bei der Quecksilberbestimmung 128; Einfluß auf die komplexometrische Zinnbestimmung 289; auf die Zirkoniumbestimmung 5; auf die Kobaltbestimmung in Eisenlegierungen 376; Bestimmung von Spuren Zinn in Raffinade-Kupfer 371; von Arsenat in Gegenwart von Kupfer 14; von Sauerstoff 56; von Sauerstoff und Wasserstoff durch Mikrovakuumschmelze 370; Analyse von Oxydationsanlaufschichten 55; Bestimmung von Eisen in Rein- und Elektrolytkupfer 372; von Kobalt neben Kupfer in Stählen und Eisenkiesen 358, 359
Kupfer(I), spektrophotometrische Konstante von Chelatkomplexen 43
Kupfer-Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Natrium 56; Schnellbestimmung von Aluminium 57
Kupfer(I)-chlorid, Bestimmung 39
Kupferfunde, spektralanalytische Untersuchung urzeitlicher Kupferfunde 54
Kupferlegierungen, Bestimmung von Zinn 370
Kupfer-Molybdänlegierungen, Bestimmung von Sauerstoff 56
Kupfer(II)oxyd, Nachweis von Chlor 425
Kupferreagens, zur Bestimmung von Zuckern 300
Kupferron, Bestimmung der Zusammensetzung des Kupferkomplexes 210; Bestimmung durch Reduktion mit Chrom(II)-chloridlösung 443
Kupfer(II)-salze zur Standardisierung von Chrom(II)-lösungen 20
Kurrolsches Salz, papierchromatographische Trennung 247; papierelektrophoretische Untersuchung 247
Kynurenin, Bestimmung 154
Kynurensäure, Bestimmung 154

Laboratorium, Verwendung von Dinatriumdihydrogenäthylendiamintetraacetat im Eisenhüttenlaboratorium 65
Lactobacillus casei zur Bestimmung von Pantothensäure 315

Lactose, Nachweis in Obstsorten und R_f-Wert 297; photocolorimetrische Bestimmung neben Saccharose 235
Laken, Bestimmung von Kochsalz 188; von Nitrit, Nitrat und Kochsalz 182; von Kaliumnitrat 187
Lanthan, Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210; thermische Zersetzung von Chelaten 44; Abtrennung durch Ionenaustausch 129; Bestimmung von Sauerstoff und Stickstoff 370
Lanthanoxyd, spektralanalytische Bestimmung von Verunreinigungen 200
Largactil, photometrische Bestimmung 79
Latibon, Bestimmung 79
Laurinsäure, Analyse eines Gemisches mit Laurylchlorid 231
Laurylchlorid, Analyse eines Gemisches mit Laurinsäure 231
Lauryldimethylbenzylammoniumbromid, Bestimmung 227
Lebensmittel, Festigkeitsprüfgerät 295 Untersuchung durch mechanische Extraktion 70; Nachweis von Dulcin 312; Extraktion von fett- und wasserlöslichen Farbstoffen 448; Bestimmung von Nipagin und anderen p-Hydroxybenzoesäureestern 78; siehe auch Nahrungsmittel
Lebensmittelkontrolle, papierchromatographische Verfahren 445
Leber, Bestimmung des Eiweißgehaltes 309; siehe auch Ziegenleber
Legierungen, Bestimmung von Kupfer 55; von Zinn 371; von Uran 54; siehe auch Spritzgußlegierungen
Legierungskomponenten, Bestimmung mit Hilfe der Röntgenstrahlenfluorescenz 53
Leichtöl, Bestimmung verschiedenartiger Kohlenwasserstoffe 387
Leitfaden der Milchuntersuchung für Tierärzte und Studierende der Veterinärmedizin (Schönherr) 316 [L]
Leucin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 150
Leuconostoc dextranicum, Nachweis mit Hilfe des Ultrarotspektrums von Dextran 235
Leuconostoc mesenteroides, Nachweis mit Hilfe des Infrarotspektrums von Dextran 235
Liganden, Bestimmung durch Umsetzung ihrer Kobalt(III)-komplexe mit Redoxindicatoren 43
Limonaden, Nachweis von Dulcin 312
Liquor cerebrospinalis, siehe Cerebrospinalflüssigkeit
Lithium, Empfindlichkeit und Spezifität der flammenphotometrischen Bestimmung 281; papierchromatographische Bestimmung 433; R_f-Wert 280; elektrochromatographische Abtrennung 123; Bestimmung in Erzen 281; in Be- und Th-Verbindungen 200
Lithiumchlorid, Störungen bei der flammenphotometrischen Analyse 201
Lithiumsulfat als innerer Standard bei der flammenphotometrischen Bestimmung von Kalium und Natrium 117
Lobeliaealkaloide, Trennung 141
Lösungen, Abmessen kleiner Lösungsmengen 45; Füllen einer Bürette mit luftempfindlichen Lösungen 120; Konduktometrie in gut leitenden Lösungen 33
Lösungsmittel, Bestimmung flüchtiger Lösungsmittel in Abwässern 51
Luft, Bestimmung von Quecksilber- und Quecksilberverbindungen 46; von Kohlenoxyd mit Indicatorröhren 47; von verschiedenen Stickoxyden 47; von Tetrachlorkohlenstoff und Chloroform 47
Luftgase, Bestimmung in Mineralwässern 49
Lumiergotamin, Bestimmung 145
Luminal, Nachweis 77
Luncheon Meat, Bestimmung von Kochsalz 188
Lycorenin-methyläther, azotometrische Untersuchung 223
Lysergsäure, Bestimmung 145
Lysin, Bestimmung in Milch und Milchprodukten 304; chromatographische Analyse durch Ionenaustausch in Eiweißhydrolysaten 152; Bestimmung in Proteinhydrolysaten 150
Lysindihydrochlorid, papierchromatographische Analyse an Ionenaustauschersäulen 151
Lysinsulfat, Analyse an Ionenaustauschersäulen 151
Lysozym, Bestimmung 155

Magenta, Titration mit Titan(III)- und Chrom(II)-salzen 190
Magnesium, neues Komplexon zur Titration von Ca neben Mg 285; Mikrokristallfällung 34; spektrochemische Bestimmung 66; spektralphotometrische Bestimmung 126; papierchromatographische Bestimmung 432; R_f-Wert 96; elektrochromatographische Abtrennung 123; potentiometrische

Titration mit ÄDTA-Lösung 120; polarographische Untersuchung des Komplexes mit Pontachromviolett SW 211; amperometrische Bestimmung mit Pontachromviolett SW 283; Bestimmung mit Hilfe von Oxin 367; Trennung von Calcium mit Hilfe von Chelatbildung und Ionenaustausch 364; Abtrennung geringer Mengen von Eisen mit Ammoniumsulfid 356; Bestimmung in Mineralwässern 50; des austauschbaren Magnesiums im Boden 239; des pflanzenaufnehmbaren Magnesiums im Boden 239; Bestimmung in Plasma und Gewebe 148; Störung bei der Quecksilberbestimmung 128; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 5; Bestimmung von Na und K in Gläsern neben Magnesium 386; von Calcium neben Magnesium mit besonderem Indicator 284; von Arsenationen in Gegenwart von Magnesium 14; von Schwefel neben Magnesium in organischen Substanzen 440; von Kobalt neben Magnesium in Zinkoxyd 359

Magnesiumchloridlösung, maßanalytische Bestimmung von Chlor 135

Magnesiumoxyd, Bestimmung in Kalk und Dolomit 65; in Hochofenschlakken und Sintern 66

Magnesiumsulfat, Bestimmung von Schwefel 440

Magnesiumsulfatlösung zur Titration von Arsenat-Ionen 14

Malachitgrün, Indicator bei Titrationen 37; Titration mit Titan(III)- und Chrom(II)-salzen 190

Malonsäure, Bestimmung der Dissoziationskonstanten mit einem potentiometrischen Titriergerät 119

Maltose, Nachweis in Obstsorten und R_f-Wert 297

Mangan, Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210; Stabilitätskonstanten verschiedener Polyaminkomplexe 260; Bestimmung 363; spektrochemische Bestimmung 66; photometrische Bestimmung 135; papierchromatographische Bestimmung 431; R_f-Wert 96; Bestimmung im Abwasser 51; in Be und Th-Verbindungen 200; im Stahl 60; Störung bei der Quecksilberbestimmung 128; Bestimmung von Kobalt neben Mangan in Stählen und Gläsern 358, 359

Mangan(II), polarographische Untersuchung des Komplexes mit Pontachromviolett SW 211

Mangan(IV)-oxydhydrat bei der photometrischen Bestimmung von Mangan 135

Mannit, Infrarotspektroskopische Untersuchung 235

Mannuronsäure, Nachweis 442

Mannuronsäurelacton, Nachweis 442

Marine-Spezialbrennöle, siehe Öle

Marmeladen, Nachweis von Dulcin 312; von Farbstoffen 446; von Konservierungsmitteln 312

Massenspektometrie, schnelle Auswertung massenspektrometrischer Daten 33

Matrixverdünnung bei der Röntgenfluorescenzanalyse von Pulvern 362

Medizin, Anwendung der Flammenphotometrie für medizinische Zwecke 117

Megaphen, photometrische Bestimmung 79

Mehlqualität, Bestimmung 302

Menadion, spektralphotometrische Bestimmung 139

Menthol, chromatographische Bestimmung in Pfefferminzöl 78

Mercaptobenzthiazol, Bestimmung mit Jodmonochlorid 366; mit Silbernitratlösung 367

Mercaptobenzthiazollösung zur amperometrischen Titration 367

5-Mercapto-3-phenyl-2-thio-1,3,4-thiadiazolon (2), Bestimmung des Kaliumsalzes mit Jodmonochlorid 366

Mesoinosit, Verwendung des Hexaphosphorsäureesters in der analytischen Chemie des Thoriums 131

Messing, Analyse mit Hilfe von Argentitelektroden 32

Meßkolben, genaue Maße 120

Metaborsäure, Bestimmung in Mineralwässern 50

Metallchelate, nephelometrische Bestimmung der Zusammensetzung 210

Metallchloride, chromatographisches Verhalten 92

Metalle, komplexometrische Titration zweiwertiger Metalle 210; Mikrotitrationen mit Äthylendiamintetraessigsäure 36; Bestimmung als Sulfide mit Indicatorelektroden aus natürlichen Mineralien 31; vanadometrische Bestimmung in Form ihrer Dibromhydroxychinolate 38; Überblick über die Mikrovakuumschmelze zur Bestimmung von O, H und N 370; Bestimmung von Sauerstoff 56; Analyse galvanischer Bäder und anderer

Lösungen zur Oberflächenbehandlung von Metallen (Langford) 45 [L]
Metallelektroden, elektrochemisches Verhalten bei Titrationen mit ÄDTA-Lösungen 120
Metallfarbindicatoren, Theorie 209; einige neue Metallfarbindicatoren 210
Metallionen, Titration nach der Dead-stop-Methode 33
Metallische Gegenstände aus vorgeschichtlicher Zeit, spektrochemische Verfahren zur Herkunftsbestimmung 54
Metallkomplexe, Trennung isomerer Metallkomplexe 363
Metallurgical Analysis by means of the Spekker Photoelectric Absorptiometer (Haywood und Wood) 45 [L]
Metallurgische Erzeugnisse, Bestimmung von Wismut 53
Metallurgische Legierungen, Bestimmung von Uran 54
Metallurgische Produkte, Bestimmung von Kupfer als Kupfer(I)rhodanid 450
Metaparakresol, Analyse 457
Metaphosphate, papierelektrophoretische Abtrennung 241
Methan, Bestimmung in Mineralwässern 49/50; bei der Gärung mit Bacterium coli 160
Methanol, Bestimmung in Abwässern 52; Analyse in Gemischen mit Wasser 362
Methanthiol, Bestimmung von Wasser 455
Methionin, Bestimmung 155; im Gewebe 152; in Proteinhydrolysaten 150; Bestimmung von Schwefel 439
p-Methoxybenzaldehyd-thiosemicarbazon, azotometrische Untersuchung 223
Methoxylgruppen, azotometrische Bestimmung 223
β-Methyl-β-äthyl-glutarimid, Bestimmung von Barbituraten 76
Methyläthylketon, Standardsubstanz in der Gaschromatographie 203; photometrische Bestimmung 228; Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 228; Bestimmung in binären Mischungen 205
Methylalkohol siehe Methanol
N-(4-Methyl-benzolsulfonyl)-N′-butylharnstoff, Bestimmung im Serum 464
Methylbutene, Bestimmung in Gemischen durch Jodzahl 389
Methyl-n-butylketon, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 228
Methylcyclohexanone, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazone 228
Methylenblau, Titration mit Titan(III)- und Chrom(II)-salzen 190
2-Methylfuran, Bestimmung im Tabakrauch 73
Methylisobutylketon, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 228
1-Methyl-7-isopropyl-2-phenanthrol, Titration in nichtwäßrigem Medium 237
Methylketone, photometrische Bestimmung 228
2-Methyl-1,4-Naphthochinon, spektralphotometrische Bestimmung 139
Methylphenobarbital, Nachweis 77
Methylpropylketon, photometrische Bestimmung 228
Methylthymolblau, Verwendung als Metallfarbindicator 210
Methyltrichlorsilan, Bestimmung von Silicium 222
Methylviolett zur Bestimmung von Wismut 59
Methylxylenolblau, Verwendung als Metallfarbindicator 210
Mikroanalyse durch Mikrokristallfällungen 34
Mikrochemische Geräte, genaue Maße 120
Mikrokristallfällungen in der Mikroanalyse 34
Mikroorganismen, Bestimmung von Ribonucleinsäure 159
Mikropipetten, genaue Maße 120
Mikrozentrifugierröhrchen, genaue Maße 120
Milch, Bestimmung des Fremdwassergehaltes in geronnenen Milchproben 305; Nachweis von Nitrit und Nitrat 148; Bestimmung der Proteine 303; des Lysingehaltes 304; der Xanthindehydrase 448; Leitfaden zur Untersuchung (Schönherr) 316 [L]
Milchprodukte, Kennzeichnung 303
Milchproteinbestimmung 303
Milchsäure, Nachweis in verschiedenen Obstsorten 297; Bestimmung bei der Gärung mit Bacterium coli 160
Mineralien, Indicatorelektroden aus natürlichen Mineralien zur Bestimmung von Metallen als Sulfiden 31; Bestimmung von Kupfer 55; von Cu und Mo 379; von Beryllium 380; von Uran 134; von Uran in akzessorischen Mineralien 382
Mineralsäure, konduktometrische Untersuchung 33
Mineralwasser, Methodik der Untersuchung 49

Molybdän, Reagentien aus den Heteropolysäuren von Mo 35; Fällung mit Oxychinolin 379; Bestimmung 363; vanadometrische Bestimmung 38; maßanalytische Bestimmung mit Äthylendiamintetraessigsäure 195; Bestimmung in Mineralien, Molybdänkonzentraten und Ferromolybdän 379; im Boden 69; im Stahl 60, 64; in Eisenlegierungen 64; Einfluß auf die Kobaltbestimmung in Eisenlegierungen 376; Bestimmung von Kobalt neben Molybdän in Stählen 358
Molybdän(V), papierchromatographische Bestimmung 430
Molybdänkonzentrate, Bestimmung von Cu und Mo 379
Molybdän-Kupferlegierungen, Bestimmung von Sauerstoff 56
Molybdän(VI)-oxyd, Nachweis von Chlor 425
Molybdat, R_f-Wert 96
Molybdato-Vanadatophosphorsäure bei der Bestimmung von Phosphor 132
Monazitkonzentrate, Bestimmung von Thorium 131
Monoäthanolamin, Analyse eines Gemisches mit Di- und Triäthanolamin 233
Monobromessigsäure, Nachweis 299
Monocarbonsäuren, Bestimmung im Tabakrauch 71
Monophosphat, papierchromatographische Abtrennung 247; papierelektrophoretische Abtrennung 247
Morphin, Bestimmung 142; nichtwäßrige Titration 144; Abtrennung mit stark basischem Anionenaustauscher 143
Morphinchlorhydrat, Bestimmung 35; Kristallreaktion 140
Murexid, Indicator in der Chelatometrie 11
Mutterkornalkaloide, Charakterisierung 146; Halbmikrobestimmung 146; papierchromatographische Auftrennung 145, 146, 396; Bestimmung der wasserunlöslichen Mutterkornalkaloide 145; Mikrobestimmung in einzelnen Sklerotien 144

Nahrungsmittel, Bestimmung von Zinn 296; von reduzierenden Zuckern und Rohrzucker 300; siehe auch Lebensmittel
Napalm, Bestimmung von 1-Naphthol 457
Naphthalin, Standardsubstanz in der Gaschromatographie 203; Bestimmung der Stoffwechselprodukte im Rattenharn 319
Naphthaprodukte, Bestimmung von elementarem Schwefel 391
Naphthateere, Bestimmung der Verseifungszahlen 388
β-Naphthochinolin zum Nachweis von Kobalt, Wismut und anderen Metallen 295
Naphthole, Farbreaktionen und R_f-Werte 319; Titration in nicht wäßrigem Medium 237; Bestimmung von 1-Naphthol in Aluminiumseifen 457; Bestimmung von α-Naphthol in β-Naphthol 457
2-Naphthylamin-6,8-disulfonsäure, Reaktion mit Alkaloiden und synthetischen Basen 139
1-Naphthylglucuronsäure, R_f-Wert und Farbreaktion 319
1-Naphthylmercaptansäure, R_f-Wert und Farbreaktion 319
α-Naphthylphthaleinkomplexon, Verwendung als Metallfarbindicator 210
1-Naphthylsulfonsäure, R_f-Wert und Farbreaktion 319
Narcein, Bestimmung 142; Abtrennung mit stark basischem Anionenaustauscher 143
Narcotin, Bestimmung 142
Natrium, Mikrokristallfällung 34; spektralanalytische Bestimmung 200; papierchromatographische Bestimmung 433; R_f-Wert 280; elektrochromatographische Abtrennung 123; flammenphotometrische Bestimmung in verschiedenen Produkten 117; Bestimmung in Mineralwässern 50; in Chlorkalium 118; in Be- und Th-Verbindungen 200; in Aluminium-Kupferlegierungen 56; in Gläsern 386; in Plasma und Gewebe 148; Bestimmung von Kobalt neben Natrium in Gläsern 359
Natriumäthylendiamintetraacetat, Bestimmung 36
Natriumarsenit, katalysierte Reaktion mit Hexacyanoferrat(III) 212
Natrium-Calciumcyanoferrat, Reaktion mit Alkaloiden und synthetischen Basen 139
Natriumchlorid, Störungen bei der flammenphotometrischen Analyse 201
Natriumchloridschmelzen, Bestimmung von zwei- und dreiwertigem Titan 384
Natriumcitrat, Nachweis von Chlor 425

Natriumdodecylsulfat, zur Titration von Dodecylpyridiniumbromid 445
Natriumoxalat, Bestimmung 39
Natriumpolyvanadat, Bestimmung von Phosphorpentoxyd in technischem Natriumpolyvanadat 385
Natriumtetraphenyloborat, Reaktion mit Alkaloiden und synthetischen Basen 139; zur Bestimmung von Ephedrin und anderen Basen 395
Natriumtetraphenyloboratlösungen, Stabilität 364
Natrium-Uranylchromat, Reaktion mit Alkaloiden und synthetischen Basen 139
Natronlauge, Einstellung mit Phthalsäure mit Hilfe eines potentiometrischen Titriergerätes 119
Neocuproin, zur Bestimmung von Kupfer in Germaniumdioxyd 385
Neomycin, Bestimmung in Neomycinsulfat 399
Neomycinsulfat, Bestimmung von Neomycin 399
Nephelometrie zur Bestimmung der Zusammensetzung von Metallchelaten 210
Nickel, Anreicherung durch hochmolekularen Komplexbildner 36; Eigenschaften des Di-β-naphthylthiocarbazons 44; thermische Zersetzung von Chelaten 44; Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210; Stabilitätskonstanten verschiedener Polyaminkomplexe 260; Bestimmung 363; spektralanalytische Bestimmung 200; photometrische Bestimmung mit Thiosemicarbazid 282; papierchromatographische Bestimmung 431; R_f-Wert 96; polarographische Untersuchung des Komplexes mit Pontachromviolett SW 211; Bestimmung mit 3-Hydroxy-1,3-diphenyltriazin 125; mit Hilfe von Cyanid und Resacetophenonoxim als Indicator 288; Bestimmung in Be- und Th-Verbindungen 200; Bestimmung im Stahl 60, 66; in metallischem Kobalt, Kobaltoxyd oder Kobalthydroxyd 377; Störung bei der Quecksilberbestimmung 128; Einfluß auf die komplexometrische Zinnbestimmung 289; auf die Zirkoniumbestimmung 5; Bestimmung kleiner Bormengen 376; von Sauerstoff 56; von Kobalt neben Nickel in verschiedenen Produkten 358, 359
Nickel-Chromlegierungen, Bestimmung von Wismut 59; von Kobalt 358
Nickeldiäthyldithiophosphat zur potentiometrischen Bestimmung von Kupfer 40
Nickellegierungen, spektrochemische Analyse 66; Bestimmung von Kobalt 65
Nickeloxyd, Analyse mit Hilfe von Elektronenbeugung 360
Nickelsulfat, Nachweis von Chlor 425
Nicotinsäure, Nachweis im Zigarettenrauch 72
Nicotinum purum, Kristallreaktionen 140
Nigeran, infrarotspektroskopische Identifizierung 235
Nilblau, Indicator bei Titrationen 37
Ninhydrin, Indicator in der Chelatometrie 11
Nioxim zur Bestimmung von Palladium 136
Nipagin, Bestimmung in Arznei- und Lebensmitteln 78
Nitrat, Nachweis 33; Bestimmung kleiner Mengen 131; Nachweis in Milch, Serum und Urin 148; Bestimmung in Fleischwaren und Laken 182; des Nitratstickstoffs in Dünger 70
Nitrate, Bestimmung von Nitratstickstoff 454
Nitratstickstoff, Bestimmung im Dünger 70; siehe auch Stickstoff
Nitrilotriessigsäure zur Bestimmung von Aluminium 329
Nitrit, Nachweis 33; Bestimmung kleiner Mengen 131; Nachweis in Milch, Serum und Urin 148; Bestimmung in Fleischwaren und Laken 182; kleiner Mengen in Fischmehl 310
Nitrobenzolazobrenzcatechin, Verwendung als Metallfarbindicator 209
4-Nitrobiphenyl, Analyse in Gemischen 363
Nitrocellulose, Bestimmung von Stickstoff 68; von Nitratstickstoff 454
p-Nitrodimethylanilin, Bestimmung durch Reduktion zum Amin mit Chrom(II)-chlorid 443
Nitrofurfurylidenaminohydantoin, Bestimmung in Furadantintabletten 75
Nitroglycerin, Bestimmung von Nitratstickstoff 454
Nitroglycerinpulver, Bestimmung von Kalium 453
Nitroguanidinsprengstoffe, Analyse 454
3-Nitro-4-hydroxy-phenylarsonsäure, zur Bestimmung von Zinnspuren in Raffinade-Kupfer 371
2-Nitro-indandion-1,3, Farbreaktion mit Hydrazin 290

Nitroparaffine, Nachweis primärer Nitroparaffine mit Tüpfelreaktionen 427
N-Nitrosodiphenylamin, Bestimmung durch Reduktion mit Chrom(II)-chlorid 443
1-Nitroso-2-hydroxy-3-naphthoesäure, Metallkomplexe in der anorganischen Analyse 347; R_f-Werte verschiedener Metallkomplexe in verschiedenen Lösungsmittelsystemen 352
N-Nitroso-N-phenylbenzylamin, Bestimmung durch Reduktion mit Chrom(II)-chlorid 443
Nitrosoverbindungen, Bestimmung durch Reduktion mit Chrom(II)-chloridlösung zum Amin 443
Nitroverbindungen, Reduktion mit Chrom(II)-salzen 189
Nonansäure, R-Wert von Derivaten 230
Nonylsäure, Bestimmung im Tabakrauch 71
Noradrenalin, Bestimmung im Harn 460

Obst, Bestimmung von Säuren und Zuckerarten 297
Octadecansäure, R-Wert von Derivaten 230
i-Octan, Standardsubstanz in der Gaschromatographie 203
n-Octan, Bestimmung von n-Hexan 204
Octansäure, R-Wert von Derivaten 230
Öl, Bestimmung in Industrielösungen von Ammonsalpeter 384; Bestimmung von Seewasser in Marinespezialbrennölen 389; von Schwefel in Rohöl 391
Oestradiol, Bestimmung im Gewebe 462
Oestron, Bestimmung im Gewebe 462
Olefine, Bestimmung in Leichtölen oder Petroleumdestillaten 387
Oleoresin, Bestimmung in verschiedenen Pfefferarten 311
Opium, Trennung der Hauptalkaloide 141, 142
Orange G, Titration mit Titan(III)- und Chrom(II)-salzen 190
Organische Analyse, siehe Analyse
Organische Disulfide, siehe Disulfide
Organische Fluorverbindungen, Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 215; Bestimmung von Fluor nach Zersetzung in der Knallgasflamme 221
Organische Reagentien in der anorganischen Analyse 347
Organische Säuren, Nachweis geringer Mengen 229
Organische Schwefelverbindungen, Abtrennung und Bestimmung von Schwefel 134
Organische Substanzen, Apparatur zur Zerstörung 222; Mikrokristallfällungen 34; Bestimmung nach der Chrom(II)-chloridmethode 443; Farbreaktionen mit anorganischen Komplexen 42; mit Phosphorwolframat und Phosphormolybdat 35; Bestimmung in Böden und organischen Düngerproben 69; Mikronachweis von Kohlenstoff 213; Bestimmung von Zentigrammengen Kohlenstoff und Wasserstoff 214; Mikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 215; gleichzeitige Bestimmung von Kohlenstoff, Wasserstoff und Schwefel 216; von Kohlenstoff, Wasserstoff und Fluor 440, 441; Bestimmung von Stickstoff 387, 438; nach DUMAS 216; Modifikation 217; von Sauerstoff in fluorhaltigen organischen Verbindungen 217; von Schwefel 218, 439; in metallhaltigen organischen Substanzen 440; Bestimmung von Halogenen 218; durch doppelte Verbrennung 219; Mikrobestimmung von Fluor 220; Bestimmung von Chlor 218
Orthophosphat, Bestimmung 84, 90; Abtrennung 291; thermogravimetrische Analyse in Gemischen 364
Osmium, papierchromatographische Bestimmung 430; papierelektrophoretische Abtrennung 205
Osmiumtetroxyd, Katalysator bei der Reaktion von Natriumarsenit und Hexacyanoferrat(III) 212
Oxalat, Nachweis 34; Bestimmung 41
Oxalsäure, Nachweis in Obstsorten 297; Nachweis von Chlor 425
Oxin, Bestimmung mit Jodmonochlorid 366
Oxiransauerstoff, direkte Titration 238
8-Oxychinaldin zur Bestimmung von Kupfer in technischen und natürlichen Produkten 55
Oxydationsanlaufschichten, Analyse von Anlaufschichten auf Kupfer 55
Oxyde, magnetochemische und kristallographische Analyse der ferromagnetischen Oxyde mittels Elektronenbeugung 360
5-Oxytryptamin, Bestimmung im Urin 158

Pacatal, Bestimmung 79
Padisal, Bestimmung 79

Palladium, Farbreaktionen 350; R_f-Werte des Komplexes mit 1-Nitroso-2-hydroxy-3-naphthoesäure in verschiedenen Lösungsmittelsystemen 352; papierchromatographische Bestimmung 430; papierelektrophoretische Abtrennung 205; polarographische Bestimmung 137; mikroheterometrische Bestimmung mit Dimethylglyoxim 137; gravimetrische Bestimmung 136
Palladium(II)-halogenide, Verwendung der Absorption zur Halogenbestimmung in schweren Kohlenwasserstoffen und Katalysatoren 392
Palladium-Wasserstoffelektroden als p_H-Indicatoren 368
Palmitinsäure, Analyse eines Gemisches mit Palmitylchlorid 231
Palmitylchlorid, Analyse eines Gemisches mit Palmitinsäure 231
PAN-Indicator in der Chelatometrie 10
Panose, Infrarotspektroskopische Identifizierung 235
Pantothensäure, Bestimmung mit Lactobacillus casei 315
Papaverin, Bestimmung 142; nichtwäßrige Titration 144
Papaverinum hydrochloricum, Kristallreaktionen 140
Papierchromatographie, Aufbau und Wirkungsweise eines Spezialtrockenschrankes für Papierchromatogramme 205; Berechnung der Ausdehnung und Lage eines Stoffes auf dem Papierchromatogramm 205; Gewinnung eines möglichst kleinen Startfleckens 205; Versuche zur Berechnung der R_f-Funktionen 161; Anwendung in der qualitativen anorganischen Analyse 429; zur Trennung von Kationen 161; Verwendung von Asbestpapier zur Trennung von Alkaliionen 280; Verhalten von Metallchloriden im Laufmittelsystem Tetrahydrofuran-Wasser-Chlorwasserstoff 92; Verwendung zur Lebensmittelkontrolle 445; Präparierung von Papier für die quantitative Chromatographie von Corticosteroiden 462
Papierelektrophorese zur Trennung von Ionen 205; siehe auch Hochspannungselektrophorese
PAR, Indicator in der Chelatometrie 10
Paraffine, Trennung der C_{18}-C_{25}-Fraktion im Erdöl von Cycloparaffinen und Aromaten 387; Bestimmung in Leichtölen oder Petroleumdestillaten 387
PAS-Natrium, Bestimmung von INH neben PAS-Na in pharmazeutischen Produkten 80
Pechblende, Bestimmung von Uran 134
Penicillin, mikrobiologische Bestimmung in Futtermitteln 398
Penicillinsalze, Titration 398
Pentaerythrit, Bestimmung von Nitratstickstoff 454
Pentan, Bestimmung in Gemischen mit Olefinen 389
Pentaphosphat, Bestimmung 84; papierchromatographische Abtrennung 247
Penten, siehe Petrakis-(β-aminoäthylen)-äthylendiamin
Penten-2, Bestimmung in Gemischen durch Jodzahl 389
Pentobarbital, Nachweis 77
Pentosen, Bestimmung nach dem Anilinacetat-Furfurolverfahren 236
Pentothal, Nachweis 77
Pentothiobarbital, Nachweis 77
Peptide, Untersuchung 155
Perchloratpulver, Bestimmung von Kalium 453
Perchlorsäure, Reaktion mit synthetischen Basen und Alkaloiden 139
Peressigsäure, Bestimmung 224
Perjodat, Nachweis 34
Permanganat zur potentiometrischen und volumetrischen Bestimmung von Peroxyden 40; Nachweis 33; polarographische Reduktion an Platin- und Quecksilberelektroden 136; Störung beim Nachweis anderer Anionen 33
Peroxyde, potentiometrische und volumetrische Bestimmung mit alkalischem Permanganat 40
Peroxydzahl, Bestimmung in Speiseölen 307; in Petroleumteer 389
Persäuren, potentiometrische Titration in wasserfreiem Äthylendiamin 224
Persulfat, Nachweis 33
Petroleum, massenspektrometrische Gruppenanalyse 33
Petroleumdestillate, Bestimmung verschiedener Kohlenwasserstoffe 387; siehe auch Erdöldestillate
Petroleumteer, Bestimmung der Peroxydzahlen 389
Pfeffer, Verunreinigungen des Oleoresins im schwarzen Pfeffer 311; siehe auch Cayenne-Pfeffer
Pfefferminzöl, Bestimmung von Menthol 78
Pflanzen, Bestimmung reduzierender Zucker und von Rohrzucker 300

Pflanzenstoffe, mechanische Extraktion für analytische Zwecke 70
Pflanzliches Material, flammenspektrophotometrische Analyse 459
p_H-Messungen mit Meßgefäßen aus Plexiglas 206; Verwendung und Mißbrauch von p_H-Messungen 206
Phanodorm, Nachweis 77
Pharmaceutica, komplexometrische Bestimmung von Quecksilber 73; Analytik der Barbiturate 76; Bestimmung von Riboflavin 80; Trennung der Aconitalkaloide 147; Bestimmung von Rauwolfia-Alkaloiden 397; Bestimmung von INH neben PAS-Na 80
Phenacetin, Bestimmung 444
1,10-Phenanthrolin zur Bestimmung von Eisen(II) 294
Phenobarbital, Nachweis 77
Phenol, Bestimmung 35; Titration in nichtwäßrigem Medium 237; Bestimmung in Metaparakresol 457
Phenole, Titration ein- und mehrwertiger Phenole in nichtwäßrigem Medium 237
Phenolphthaleinkomplexon, Verwendung als Metallfarbindicator 210
Phenothiazinderivate, Bestimmung therapeutisch verwendeter Phenothiazinderivate 79
β-Phenoxyäthyldimethyldodecylammoniumbromid, Bestimmung 227
Phenoxyessigsäure, Thermolysekurve der Verbindung mit Zirkonium 290
2-Phenyl-4-acetovanillyliden-5-oxazolon, azotometrische Untersuchung 223
Phenylalanin, Bestimmung neben anderen Aminosäuren 318; in Proteinhydrolysaten 150; Mikrobestimmung von Tyrosin neben Phenylalanin 153
2-Phenylchinolin-4-carbonsäure zur Titerstellung einer benzol-methanolischen Kaliummethoxyd-Maßlösung 38
p-Phenylendiamin, Bestimmung 444
Phenyl-2-oxin, polarographische Analyse 213
p-Phenylphenacylester, Verwendung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone zur Identifizierung organischer Säuren 229
Phenylthiohydantoine von Aminosäuren, papierchromatographische Trennung 317
Phloroglucin, Titration in nichtwäßrigem Medium 237
Phosphat, Nachweis 34; Trennung von Fluorid 293; Bestimmung im Thomasmehl 66; Bestimmung von Fluor in natürlichen Phosphaten 382
Phosphate, Papierchromatographie kondensierter Phosphate 81; papierelektrophoretische Trennung kondensierter Phosphate 241
Phosphatgemische, thermogravimetrische Analyse 364
Phosphationen, Bestimmung von Fluor neben Phosphationen 382
Phosphor, photometrische Bestimmung als Molybdato-Vanadatophosphorsäure 132
^{32}Phosphor, Untersuchung nach der Ringofentechnik 35
Phosphorimetrie, Anwendungen 363
Phosphormolybdat, Farbreaktionen 35
Phosphorpentoxyd, Bestimmung in Polyvanadaten 385
Phosphorsäureester von Inosit, papierchromatographische Trennung 461
Phosphorwolframat, Farbreaktion 35
Phosphorwolframatmolybdat, Farbreaktionen 35
Photographisches Material, Schnellbestimmung von Silber mittels Differentialtitration 192
Phthalsäure zur Einstellung von Natronlauge mit Hilfe eines potentiometrischen Titriergerätes 119; Thermolysekurve der Verbindung mit Zirkonium 290
Physikalisch-chemische Untersuchungsmethoden (Beyer) 199 [L]
Physostigmin, Identifizierung und Abtrennung 144
Phytinsäure, Verwendung in der analytischen Chemie des Thoriums 131
Picoline, Bestimmung von β- + γ-Picolin neben α-substituierten Pyridinen 42
Pillen, Bestimmung von Barbituraten 76
Pilocarpin, Identifizierung und Abtrennung 144
Plasma, Bestimmung von Alkali- und Erdalkalimetallen 148
Platin, papierchromatographische Bestimmung 430; papierelektrophoretische Abtrennung 205
Platinelektroden zur polarographischen Reduktion von Permanganat 136
Plexiglas für Meßgefäß für p_H-Messungen 206
Plutoniumoxyd, spektralanalytische Bestimmung von Verunreinigungen 200
p_M-Indicatoren in der Chelatometrie 10
Polyphosphat, papierchromatographischer Nachweis in der Wurst 446
Polysaccharide, Abtrennung neutraler Polysaccharide 442
Polysiloxane, Bestimmung von Silicium 222

Polyvanadate, Bestimmung von Phosphorpentoxyd 385
Polyvinylpolymerisate, Kaliumthiocyanat als innerer Standard bei der Infrarotuntersuchung 202
Pontachromviolett SW, polarographisches Verhalten der Komplexe 211, 212; zur amperometrischen Bestimmung von Magnesium 283
Porphobilinogen, papierelektrophoretischer Nachweis 320
Potentiometrie, automatisches Titriergerät 119
Probeneinlaßsystem in der Gaschromatographie 203
Procain-Penicillin, Titration 398
Prolin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 150
Promethium, Abtrennung durch Ionenaustausch 129
Prominal, Nachweis 77
2-Propanol, gaschromatographische Bestimmung in binären Mischungen 204, 205
Propaphenin, photometrische Bestimmung 79
Propionaldehyd, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 227
Propionsäure, R_f-Wert 299; R-Wert von Derivaten 230; Analyse eines Gemisches mit Propionylchlorid 231; Bestimmung im Tabakrauch 71
Propionylchlorid, Analyse eines Gemisches mit Propionsäure 231
Proponal, Nachweis 77
Propylenderivate, Bestimmung in Äthylenoxyd und dessen Umwandlungsprodukten 394
1,2-Propylenglykol, Abtrennung durch Ionenaustauschchromatographie 232
Prostigminum hydrobromicum, Kristallreaktion 140
Prostigminum methylsulfonicum, Kristallreaktion 140
Protactinium, analytische Bestimmung 291
Proteine, Bestimmung in der Milch 303; turbidimetrische Bestimmung in Blutserum mit Schwermetallsalzen 154
Proteinhydrolysate, Analyse auf Aminosäuren 149
Prothazin, Bestimmung 79
Ptn, siehe 1,2,3-Triaminopropan
Pulfrich-Photometer, Arbeitsvorschriften (Richter) 31 [L]
Pulver, Röntgenfluorescenzanalyse 362; (Schießpulver), Bestimmung von Stickstoff in rauchlosem Pulver 68
Pumpe zum Füllen von Büretten 120
Pyramidon, Bestimmung 444
Pyrazolon-Ammoniak-Pyridin-Reaktion zur Bestimmung von Stickstoff im Stahl 375
Pyridin-Ammoniak-Pyrazolon-Reaktion zur Bestimmung von Stickstoff im Stahl 375
Pyridine, Bestimmung von β- + γ-Picolin neben α-substituierten Pyridinen 42
Pyridin-(2-azo-1)-naphthol-(2), Indicator in der Chelatometrie 10
Pyridin-(2-azo-4)-resorcin, Indicator in der Chelatometrie 10
Pyrogallol, Titration in nichtwäßrigem Medium 237
Pyrophosphat, Bestimmung 84, 90; thermogravimetrische Analyse in Gemischen 364; Abtrennung 291

Qualitative Analyse, siehe Analyse
Quarzmonochromatoren in einem Spektralphotometer 119
Quecksilber, Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210; Stabilitätskonstanten verschiedener Polyaminkomplexe 260; absorptiometrische Bestimmung mit Zincon 128; papierchromatographische Bestimmung von Spuren 282; R_f-Wert 96; amperometrische Titration mit Mercaptobenzthiazollösung 367; radiochemische Mikrobestimmung 207; Bestimmung mit Tetraäthylthiuramdisulfid 364; Bestimmung in der Luft 46; in pharmazeutischen Produkten 73
Quecksilber(II), papierchromatographische Bestimmung 430; amperometrische Bestimmung kleiner Mengen mit Tetraphenylarsoniumchlorid 286; Titration von Äthylendiamintetraacetat mit Quecksilber(II)-salz 456
Quecksilberamidochlorid, Bestimmung von Quecksilber 73
Quecksilberchlorid, Bestimmung von Quecksilber 73
Quecksilberelektroden zur polarographischen Reduktion von Permanganat 136
Quecksilberoxyd, Bestimmung von Quecksilber 73
Quecksilber(II)-oxyd, Nachweis von Chlor 425
Quecksilber(I)-thiosulfatkomplexe, elektrometrische Studien über die Zusammensetzung 24
Quecksilberverbindungen, Bestimmung in der Luft 46

Radioaktive Präparate, Reproduzierbarkeit verschiedener Methoden zur Herstellung 207; Untersuchung nach der Ringofentechnik 35
Radiometrische Titration, Extraktionsverfahren 207
Radium, papierchromatographische Bestimmung 432
Radix Ipecacuanhae, Trennung der Alkaloide 141
Raffinade-Kupfer, siehe Kupfer
Ranzidität, Bestimmung in Fischereiprodukten 309
Rastinon, Bestimmung im Serum 464
Ratten, Bestimmung der Stoffwechselprodukte von Naphthalin im Harn 319
Rauwolfia-Alkaloide, Bestimmung als Reineckate in pharmazeutischen Zubereitungen 397
Rauwolfiawurzel, Bestimmung von Reserpin 397
Reagensgläser, Federmechanismus zum schnellen Verschließen 122
Redoxindicatoren zur Bestimmung von Liganden mit Hilfe der Umsetzung ihrer Kobalt(III)-komplexe 43
Regitin-Substanz, Kristallreaktion 140
Reifungsprozeß, Nachweis von Zuckern und Säuren in verschiedenen Obstarten beim Reifungsprozeß 298
Reinigungsmittel, Bestimmung der aktiven Substanzen 458
Reinkupfer, siehe Kupfer
Resacetophenonoxim, Indicator bei der volumetrischen Bestimmung von Cyanid mit Nickelsulfatlösung 288
Resazurin als analytisches Reagens 365
Resazurinderivate als analytische Reagentien 365
Reserpin, papierchromatographische Trennung von Reserpin und seinen Abbauprodukten 147; Bestimmung in Rauwolfiawurzeln 397
Reserpinsäure, papierchromatographische Abtrennung aus Reserpinabbauprodukten 147
Reserpin-Skelet, papierchromatographische Abtrennung aus Reserpinabbauprodukten 147
Resorcin, Titration in nichtwäßrigem Medium 237
2-Retenol, Titration in nichtwäßrigem Medium 237
Retentionsanalyse zur Bestimmung von Aminosäuren in Proteinhydrolysaten 149
Rhizoma Hydrastis, Trennung der Alkaloide 141
Rhodanid, Farbreaktion 365; Nachweis 34; Bestimmung 41
Rhodium, papierchromatographische Bestimmung 430; papierelektrophoretische Abtrennung 205
Riboflavin, polarographisches Verhalten 159; Bestimmung in pharmazeutischen Produkten 80
Riboflavinnucleotide, papierelektrophoretische Trennung und Bestimmung 158
Ribonucleinsäure, empfindliche Bestimmung in Geweben und Mikroorganismen 159
Rinderfleisch, Bestimmung des Eiweißgehaltes 309
Rindernierenrinde, Darstellung von γ-Glutaminyltranspeptidase 160
Ringofen-Technik bei der Untersuchung von radioaktiven Substanzen 35
Rodipal, Bestimmung 79
Röntgenfluorescenzanalyse von Pulvern 362
Röstöfen, Bestimmung von Cu, Zn, Pb und Cd im Staub 378
Roggen, Bestimmung der Dehydrogenase-Aktivität in grünen Suspensionen 320
Roggenkeime, Nachweis von γ-Aminobuttersäure 301
Rohöl, siehe Öl
Rohrzucker, Bestimmung in Pflanzen und Nahrungsmitteln 300
Rohwurst, Bestimmung von Kochsalz 188; siehe auch Würste
Rubidium, Mikrokristallfällung 34; R_f-Wert 280; Bestimmung in Mineralwässern 50
Rubidiumchlorid, Störungen bei der flammenphotometrischen Analyse 201
Rührer zum Gebrauch unter Druck 121
Ruthenium, papierchromatographische Bestimmung 430; papierelektrophoretische Abtrennung 205
Rutonal, Nachweis 77

S-Wert, Bestimmung des S-Wertes austauschbarer Basen 238
Saccharase, Bestimmung im Boden 240
Saccharose, photocolorimetrische Bestimmung neben Lactose 235; Nachweis in Obstsorten und R_f-Wert 297
Säure-Base-Indicatoren, Verwendung von Brasilin 37
Säurechloride, Bestimmung neben Carbonsäuren und Chlorwasserstoff 230
Säureester, siehe Ester
Säuren, Bestimmung in Obst und Gemüse 297; Bestimmung flüchtiger

Säuren im Wein 296; Bestimmung in Fischfleisch 309
Salben, Bestimmung von 8-Hydroxychinolin-Kaliumsulfat 395
Salicylanilid, Bestimmung 237
Salicylsäure, Thermolysekurve der Verbindung mit Zirkonium 290; R_f-Wert 299; Bestimmung von Sauerstoff 218; der Säure oder des Anilides 237
Salpeter, konduktometrische Untersuchung von Ammoniumsulfatsalpeter 33
Salpetersäure, Bestimmung von Wasser in rauchender Salpetersäure 67
Salpetrige Säure, Reaktion mit aliphatischen Aminen 224
Sandoptal, Nachweis 77
Sauerstoff, direkte Titration des Oxiransauerstoffes 238; Bestimmung in Mineralwässern 49; Bestimmung in Metallen 56; mit der Mikrovakuumschmelze in Metallen 370; in Lanthan 370; direkte Bestimmung in fluorhaltigen organischen Verbindungen 217
Scandium, thermische Zersetzung von Chelaten 44; Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210
Schärfe, Bestimmung in Cayenne-Pfeffer 311
Schalen, Bestimmung in Kakao 313
Scharlach-Lack C, Indicator bei der komplexometrischen Bestimmung von Calcium 284
Schaumkraftzahl zur Beurteilung von Zahnreinigungsmitteln 74
Schießpulver, Bestimmung von Kalium 453; siehe auch Nitroglycerinpulver sowie Perchloratpulver und Pulver
Schinken, Bestimmung von Kochsalz 188; von Kaliumnitrat 187
Schlacken, Bestimmung von Eisen 383; von freiem Kalk 66
Schlämme, amperometrische Titration von Gold 380
Schlafmittel, Differenzierung im Harn 317
Schmelzöfen, Bestimmung von Cu, Zn, Pb und Cd im Staub 378
Schmieröl, Auftrennung der C_{18}-C_{25}-Fraktion 387
Schnellanalyse, siehe Analyse
Schokoladen, Nachweis des Fremdfettgehaltes 447; von Dulcin 312
Schwefel, Bestimmung in Kiesabbränden, Asche, Superphosphat u. ä. 440; in Bariumsulfat, Bleisulfat, Silbersulfat und Magnesiumsulfat 440; in organischen Verbindungen 216, 439; in organischen Substanzen, die verschiedene Metalle enthalten 440; Mikrobestimmung in organischen Verbindungen 218, 439; Bestimmung im Erdöl 292; in Rohölen und Naphthaprodukten 391; des Gesamtschwefels in Viscose 410; Bestimmung von Kohlenstoff in gereinigtem Schwefel 66; von Kobalt neben Schwefel in Zinkoxyd 359
Schwefelsäure, Bestimmung der freien Schwefelsäure in Eisenbeizlösungen 67; von Thiosulfat neben anderen Schwefelsäuren 291
Schwefelwasserstoff, Bestimmung in Mineralwässern 49
Schweinefleisch, Bestimmung des Eiweißgehaltes 309
Schweres Wasser, siehe Wasser
Schwermetalle, Bestimmung in Mineralwässern 51
Schwermetallsalze zur Titration von Blutserumproteinen 154
Seewasser, Verwendung dielektrischer Methoden zur Bestimmung in Marine-Spezialbrennölen 389
Selen(IV), papierchromatographische Bestimmung 430
Selenit, R_f-Wert 96
Seltene Erden, Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210; komplexometrische Bestimmung 128; Trennung durch Ionenaustausch 128
Semen Strychni, Trennung der Alkaloide 141
Semidine, Identifizierung 444
Serin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 150
Serotonin, papierchromatographischer Nachweis 157; Bestimmung im Urin 158
Serum, Nachweis von Nitrit und Nitrat 148; Bestimmung von N-(4-Methylbenzolsulfonyl)-N^7-butylharnstoff 464
Silber, Stabilitätskonstanten verschiedener Polyaminkomplexe 260; papierchromatographische Bestimmung430; von Spuren 282; amperometrische Bestimmung mit Mercaptobenzthiazollösung 367; Bestimmung mit Tetraäthylthiuramdisulfid 364; indirekte Bestimmung mit Bismuton 366; Bestimmung in photographischem Material mittels Differentialtitration 192; Bestimmung von Schwefel neben Silber in organischen Substanzen 440
Silberbenztriazol, Reaktion mit Chloridionen 41

Silberchlorid, Nachweis neben AgSCN, AgCN, $Ag_3Fe(CN)_6$ und $Ag_4Fe(CN)_6$ 426
Silbercyanid, Nachweis von AgCl neben AgCN 426
Silberhexacyanoferrat, Nachweis von AgCl neben $Ag_3Fe(CN)_6$ und $Ag_4Fe(CN)_6$ 426
Silberjodid, potentiometrische Bestimmung der Fällung 119
Silberlegierungen, Bestimmung von Kupfer 451
Silber-Natriumnitritokobaltat, Reaktion mit Alkaloiden und synthetischen Basen 139
Silberpermanganat, thermischer Zerfall 222
Silberrhodanid, Nachweis von AgCl neben AgSCN 426
Silbersulfat, Bestimmung von Schwefel 440
Silicate, Bestimmung von Thallium 316
Silicium, spektrochemische Bestimmung 66; jodometrische Bestimmung 451; vanadometrische Bestimmung 38; colorimetrische Bestimmung in Siluminen 57; Bestimmung in Titandioxyd, Siliciumcarbid, Wolframsäureanhydrid und Wolframkonzentrat 452; in Ferrosilicium 62; in Gußeisen 375; im Stahl 60, 452; in siliciumorganischen Verbindungen 221; Bestimmung von Germanium neben großen Siliciummengen 288; von Sauerstoff und Wasserstoff durch Mikrovakuumschmelze 370; von Kobalt neben Silicium in verschiedenen Produkten 358, 359
Siliciumcarbid, Bestimmung von Silicium 452
Siliciumorganische Verbindungen, Bestimmung von Silicium 221
Siliciumtetrachlorid, Bestimmung von Silicium 222
Silicofluorid, Nachweis 33
Silumine, Bestimmung von Silicium 57
Sinter, Bestimmung von CaO und MgO 66
Sklerotien, Bestimmung von Mutterkornalkaloiden 144
Sojabohnenöl, Nachweis 308
Soneryl, Nachweis 77
Sorbit, Infrarotspektroskopische Identifizierung 235
Sparteinum hydrochloricum, Kristallreaktion 140
Speiseöle, Bestimmung der Peroxydzahl 307
Spektralanalyse, Übersicht über die Instrumentation für schnelle Spektralanalysn 199; zur Bestimmung von Beimengungen in Thorium- und Berylliumverbindungen nach dem Verdampfungsverfahren 199
Spektralphotometer mit zwei Quarzmonochromatoren 119
Spektrophotometrie, Eichkurven 271; gegenseitige Auswechselbarkeit von Küvetten 274
Spezialbrennöle, siehe Öle
Spinell, Bestimmung von Eisen(II) 383
Sprengstoffe, Bestimmung von Stickstoff 68; von Nitratstickstoff 454
Spritzgußlegierungen, Bestimmung von Aluminium 372
Spurenelemente, Anreicherung auf biologischem und chemischem Wege 35; Bestimmung in Mineralwässern 51
Squalan, flüssige Phase in der Gaschromatographie 203
Stärke, Bestimmung in Kartoffeln 301
Stärkesirup, Nachweis in der Wurst 446
Stahl, spektrochemische Analyse mit rotierender Elektrode 60; Analyse von Chrom-Nickelstahl 60; Bestimmung von Kupfer 55; 451; Überprüfung der Aluminiumbestimmungsmethoden 60; Bestimmung von Aluminium 61, 374; von Kohlenstoff 61; von Silicium 452; von Titannitrid 63; von Blei und Nickel 66; von Stickstoff 375; von Sauerstoff und Wasserstoff durch Mikrovakuumschmelze 370; von Chrom in vanadiumfreien Stählen 63; von Molybdän 64; von Kobalt 65; von Kobalt in Nickel-Chrom-Stählen 358
Startflecken, Gewinnung eines möglichst kleinen Startfleckens in der Papierchromatographie 205
Statistische Methoden in der analytischen Chemie 271
Staub, Bestimmung von Cu, Zn, Pb und Cd in Staub aus Röst- u. Schmelzöfen 378
Stearinsäure, Nachweis mit Hilfe des 2,4-Dinitrophenylhydrazons des p-Phenylphenacylesters 229; Analyse eines Gemisches mit Fettsäurechlorid 231
Steroide, Infrarotspektroskopie zur Identifizierung 461; papierchromatographische Trennung 461
Stickstoff, Bestimmung nach Kjeldahl 439; Mikrobestimmung nach DUMAS 216; Modifikation 217; Mikro- und

Halbmikrobestimmung 438; Bestimmung in Mineralwässern 49/50; mit Mikrovakuumschmelze in Metallen 370; Bestimmung in Lanthan 370; im α-Eisen durch Dämpfungsmessung 62; im Stahl 375; in Kohlen nach Kjeldahl 386; von Spuren in Erdöldestillaten 391; Bestimmung in Sprengstoffen 68; von Nitratstickstoff in Nitraten, Nitrocellulosen und Sprengstoffen 454; Bestimmung des Nitratstickstoffs im Dünger 70
Stickstoffdioxyd, Bestimmung in der Luft 47
Stickstoffmonoxyd, Bestimmung in der Luft 47
Störungen, additive und multiplikative Störungen bei flammenphotometrischen Analysen 201, 202
Strahlungsempfänger in der Gaschromatographie 204
Streuungsanalyse 276
Strontium, Mikrokristallfällung 34; papierchromatographische Bestimmung 432; R_f-Wert 96; elektrochromatographische Abtrennung 123; Bestimmung mit Metallfarbindicatoren 210; Bestimmung in Mineralwässern 50
Strychnin, Identifizierung und Abtrennung 144
Strychninum nitricum, Kristallreaktionen 140
Strychnosalkaloide, Trennung 141
Succinat, Nachweis 34
Süßmost, Nachweis von Farbstoffen 446
Sulfaminogruppen, Bestimmung 225
Sulfat, Nachweis 33; Bestimmung 41; durch Umsetzung mit dem festen Bariumsalz der Chloranilsäure 292; Abtrennung und nachfolgende Titration 133; Bestimmung im Wasser 292; 418; in Mineralwässern 50; in Grundwasser 51
Sulfid, Nachweis 33, 34; Farbreaktion 365
Sulfide zur Bestimmung von Metallen mit Hilfe von Indicatorelektroden aus natürlichen Mineralien 31
Sulfidlösungen, Analyse mit Hilfe von Argentitelektroden 32
Sulfitablaugen, Bestimmung von Calcium 456
Sulfobenzolazobrenzcatechin, Verwendung als Metallfarbindicator 209
Sulfonamide, Titration in nichtwäßriger Lösung 78
Sulfonate, siehe Alkylarylsulfonate
Sulfosalicylsäure, Indicator bei der chelatometrischen Bestimmung von Eisen(III) 321
Superphosphat, Bestimmung von Schwefel 440
Suppositorien, Bestimmung von 8-Hydroxychinolin-Kaliumsulfat 395; von Barbituraten 76
Suspensionen, Bestimmung der Dehydrogenase-Aktivität in grünen Suspensionen 320
Syntestrin, volumetrische Bestimmung 79

Tabakrauch, Bestimmung flüchtiger Monocarbonsäuren 71
Tabletten, Bestimmung von Barbituraten 76
Tantal, Bestimmung von Sauerstoff und Wasserstoff durch Mikrovakuumschmelze 370
Tantalit, Bestimmung von Uran 134
Tartrat, Nachweis 34
Teer, Bestimmung der Peroxydzahlen in Petroleumteer 389; der Verseifungszahlen von Naphthateeren 388
Tellur(IV), papierchromatographische Bestimmung 430
Terbium, Abtrennung durch Ionenaustausch 129
Terosit, spektrophotometrische Konstante der Chelatkomplexe 43
Tetraäthylthiuramdisulfid als analytisches Reagens 364
1,3,6,8-Tetrabrom-7-hydroxyphenoxazon(2)-10-oxyd, analytisches Reagens 365
Tetrabromresazurin, analytisches Reagens 365
Tetrachlorkohlenstoff, Bestimmung in der Luft 47
Tetracyclin, chemische Wertbestimmung 399; Bestimmung 400
Tetradecansäure, R-Wert von Derivaten 230
Tetrakis-(β-aminoäthylen)-äthylendiamin, Stabilitätskonstanten verschiedener Metallkomplexe 260
Tetrametaphosphat, Bestimmung 84, 90; papierchromatographische Abtrennung 247; papierelektrophoretische Abtrennung 247
Tetraphenylarsoniumchlorid zur amperometrischen Bestimmung geringer Mengen Quecksilber(II) 286
Tetraphosphat, Bestimmung 84, 90; papierchromatographische Abtrennung 247
Thallium, spektralanalytische Bestimmung 200; spektralphotometrische Bestimmung 128; Bestimmung in Silicaten 316

Thebain, Bestimmung 142; nichtwäßrige Titration 144
Theobrominum purum, Kristallreaktionen 140
Thermogravimetrie, Untersuchung komplexer Mischungen aus Hydraten 364
Thiantan, Bestimmung 79
Thiobarbitursäuremethode zur Feststellung von oxydativen Veränderungen in Butter 305
Thiocyanat, siehe Rhodanid
Thioglykolate, Nachweis oberflächenaktiver quaternärer Ammoniumverbindungen 458
Thiosemicarbazid zur photometrischen Bestimmung von Kupfer und Nickel 282; Bestimmung mit Jodmonochlorid 365/366
Thiosulfat, Farbreaktion 365; Nachweis 33; Bestimmung in Gegenwart anderer Schwefelsäuren 291; Störung beim Nachweis anderer Anionen 33
Thiosulfat-quecksilber(I)-komplexe, elektrometrische Studien über die Zusammensetzung 24
Thomasmehl, Bestimmung von freiem Kalk 66; von Phosphat 66
Thorianit, Bestimmung von Uran 134
Thorium, Verwendung der Phytinsäure in der Analyse 131; thermische Zersetzung von Chelaten 44; Farbreaktionen 350; Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210; R_f-Werte des Komplexes mit 1-Nitroso-2-hydroxy-3-naphthoesäure in verschiedenen Lösungsmittelsystemen 352; Bestimmung in Monazitkonzentraten 131; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 5; Bestimmung von Sauerstoff und Wasserstoff durch Mikrovakuumschmelze 370
Thoriumoxyd, spektralanalytische Bestimmung von Beimengungen 199, 200
Thoriumverbindungen, spektralanalytische Bestimmung von Beimengungen 199
Thoron, Indicator bei der Bestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 218
Threonin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 150
Thulium, Abtrennung durch Ionenaustausch 129
Thymolphthaleinkomplexon, Verwendung als Metallfarbindicator 210
Titan, Redoxpotential von Titan(III) zu Titan(IV) 21; spektrochemische Bestimmung 66; R_f-Wert 96; Bestimmung mit 3-hydroxy-1-p-chlorophenyl-3-phenyltriazin 125; vanadometrische Bestimmung 38; Bestimmung in Alkalichloridschmelzen 383; von zwei- und dreiwertigen Titan in Natrium- und Kaliumchloridschmelzen 384; Einfluß auf die Kobaltbestimmung in Eisenlegierungen 376; Bestimmung von Aluminium 58; von Sauerstoff und Wasserstoff durch Mikrovakuumschmelze 370; von Chlor 57
Titan(III), Farbreaktion 365
Titan(IV), papierchromatographische Bestimmung 431
Titan(III) und Eisen(II) zur Bestimmung von Stickstoff in Sprengstoff 68
Titandioxyd, Bestimmung von Silicium 452
Titanlegierungen, Bestimmung von Aluminium 58; Bestimmung von Vanadium 374
Titannitrid, Bestimmung im Stahl 63
Titanschwamm, Schnellbestimmung von Chlorid 58, 374
Titantetrachlorid, Bestimmung von Vanadium 374
Titrationen, acidimetrische Titrationen in wasserfreier Essigsäure 367
Toluidine, Bestimmung 444
Toluol, Abtrennung 443; Bestimmung im Tabakrauch 73
Tomatenmark, Bestimmung von Kupfer 311
Tren, siehe Triaminotriäthylamin
Triäthanolamin, Analyse eines Gemisches mit Mono- und Diäthanolamin 233
Triäthylentetramin als analytisches Reagens 254
Triäthylzinnverbindungen, colorimetrische Bestimmung 289
1,2,3-Triaminopropan, Stabilitätskonstanten verschiedener Metallkomplexe 260
Triaminotriäthylamin, Stabilitätskonstanten verschiedener Metallkomplexe 260
Tributylammoniumhexarhodanokobaltat(II) bei der Bestimmung von Kobalt 358
Tridecansäure, R-Wert von Derivaten 230
Trien, Stabilitätskonstanten der Protonenkomplexe 261; siehe auch Triäthylentetramin
Trigalakturonsäure, Nachweis 442
Triheptylmethylammoniummethosulfat, Bestimmung 227

Trimetaphosphat, Bestimmung 84, 90; papierchromatographische Abtrennung 247; papierelektrophoretische Abtrennung 247
Trimethoxybenzoesäure, Abtrennung aus Reserpinabbauprodukten 147
1,1,3-Trimethoxy-2-cyanopropan, azotometrische Untersuchung 223
Trinkwasser, siehe Wasser
Triphenylamin, Analyse in Gemischen 363
Triphenylguanidin, Titration mit Perchlorsäure 37
Triphenylzinnchlorid zur Fluorbestimmung 292
Triphosphat, Bestimmung 84, 90; Abtrennung 291; papierchromatographische Abtrennung 247; papierelektrophoretische Abtrennung 247
Tripolyphosphat, Bestimmung 84, 90; thermogravimetrische Analyse in Gemischen 364
Trockenhefe, Bestimmung von Blei 446
Trockenschrank, Spezialtrockenschrank zum Trocknen und Entwickeln von Papierchromatogrammen 205
Trockensubstanz, Bestimmung in Kartoffeln 301
Tropacocainum hydrochloricum, Kristallreaktionen 140
Tryptamin, Charakterisierung und Trennung 157
Tryptophan, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 150; Mikrobestimmung von Tyrosin neben Tryptophan 153
Tryptophanabbauprodukte, analytische Methoden der Untersuchung 154
Tuber-Aconiti, Trennung der Alkaloide 147
Tüpfelanalyse, Nachweis primärer Nitroparaffine 427
Tyrosin, Mikrobestimmung 153; Bestimmung in Proteinhydrolysaten 150

Ultrarotspektroskopie, siehe Infrarotspektroskopie
Undecansäure, R-Wert von Derivaten 230
Uran, Anreicherung durch hochmolekulare Komplexbildner 36; photometrische Bestimmung mit Dibenzoylmethan 134; Schnellbestimmung in Erzen 381; Bestimmung in akzessorischen Mineralien 382; in metallurgischen Legierungen 54; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 5; Bestimmung von Sauerstoff und Wasserstoff durch Mikrovakuumschmelze 370
Uran(VI), thermische Zersetzung von Chelaten 44; R_f-Werte des Komplexes mit 1-Nitroso-2-hydroxy-3-naphthoesäure in verschiedenen Lösungsmittelsystemen 352; Farbreaktionen 350; papierchromatographische Bestimmung 431; Apparatur zur coulometrischen Bestimmung 207
Uranoxyd, spektralanalytische Bestimmung von Verunreinigungen 200
Uransalzlösungen, Extraktion mit Äther in kontinuierlich arbeitender Apparatur 369
Uran-Wismutlegierungen, Bestimmung von Uran 54
Uranyl, R_f-Wert 96
Uranylacetat und Dioxyweinsäure zur Fällung von Berberinum sulfuricum 139
Urin, Nachweis von Nitrit und Nitrat 148; Bestimmung von Serotonin 158; des direkt reagierenden Bilirubins 464; siehe auch Harn
Urtitersubstanzen, Kaliumtetraborat in der Acidimetrie 38; Diaryl-disulfimide als Urtitersubstanzen 266
Urzeitliche Kupferfunde, siehe Kupferfunde

Vakuumschmelzapparatur zur Bestimmung von Gasen in Eisenmetallen 60
n-Valeraldehyd, Abtrennung als 2,4-Dinitrophenylhydrazon 227
Valeriansäure, R-Wert von Derivaten 230; Bestimmung im Tabakrauch 71
Valin, Bestimmung in Proteinhydrolysaten 150
Vanadat, papierchromatographische Bestimmung 431; R_f-Wert 96; Bestimmung von Phosphorpentoxyd in Polyvanadaten 385
Vanadato-Molybdatophosphorsäure bei der Bestimmung des Phosphors 132
Vanadinsäure, gravimetrische Bestimmung als Wismutvanadat 133
Vanadium, Redoxpotential von V^{II} zu V^{III} 21; biologische Anreicherung 35; Bestimmung 363; Mikrobestimmung mit Fast Grey R. A. 109; Bestimmung in Titantetrachlorid und Titanlegierungen 374; spektrochemische Bestimmung im Stahl 60; Bestimmung von Kobalt neben Vanadium in Stählen 358
Vanadium(V), spektrophotometrische Untersuchung wäßriger Lösungen 133
Vanado-Germano-Molybdänsäure, bei der Germaniumbestimmung 129

Vanillin, azotometrische Untersuchung 223
Variaminblau B, Indicator bei der chelatometrischen Bestimmung von Eisen(III) und Aluminium 321
Veratrinum purum, Kristallreaktion 140
Verdampfungskurve, Feststellung der Verdampfungskurve von Aceton mit Hilfe automatischer Aufzeichnung von Gewichtsveränderungen 120
Verdampfungsverfahren in der Spektralanalyse 199
Veronal, Nachweis 77
Verseifungszahlen, Bestimmung in Naphthateeren 388
Vinylacetat, polarographische Bestimmung 224
Viscose, Bestimmung des Gesamtschwefels 410
Viscosimeter mit konischen Platten 121
Vitamin B_1, spektrophotometrische Bestimmung 314; säulenchromatographische Serienbestimmung 449
Vitamin B_{12}, Abtrennung von radioaktivem Vitamin B_{12} von anorganischem ^{60}Co 449
Vitamin D, Bestimmung neben verwandten Verbindungen 450; Analyse der Bestrahlungsprodukte 450
Vorgeschichtliche Zeit, Bestimmung der Herkunft metallischer Gegenstände 54

Wasser, Bestimmung der isotopischen Zusammensetzung von schwerem Wasser 279; Bestimmung nach Karl Fischer in Komplexverbindungen 40; Bestimmung des Fremdwassers in geronnenen Milchproben 305; Bestimmung in Butter 305; Ergebnis der Gehaltsbestimmung in Butter in Abhängigkeit von der Arbeitsweise 306; Bestimmung in rauchender Salpetersäure 67; Analyse in Gemischen mit Methyl- und Äthylalkohol 362; Bestimmung in Methan- und Äthanthiol 455; kleinster Mengen in Essigsäure 455; polarographische Untersuchung von Trink- und Gebrauchswässern 315; Bestimmung von Sulfat 292; 418; von Eisen in natürlichen Wässern 51; kleiner Mengen von Alkylbenzolsulfonaten 52; siehe auch Abwasser sowie Grund- und Mineralwasser
Wasserstoff, Bestimmung in Mineralwässern 49/50; Bestimmung mit der Mikrovakuumschmelze in Metallen 370; Bestimmung in organischen Verbindungen 216; Zentigrammbestimmung in organischen Substanzen 214; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 215; Bestimmung in organischen Fluorverbindungen 215; neben Kohlenstoff und Fluor in organischen Substanzen 440; 441; Bestimmung bei der Gärung mit Bacterium coli 160
Wasserstoff-Palladiumelektroden als p_H-Indicatoren 368
Wasserstoffperoxyd, hochempfindliche Reaktion 122; Bestimmung 39, 224; photometrische Bestimmung 279
Wein, Bestimmung der flüchtigen Säure 296; von Carbonsäureestern 299; Nachweis von Monobromessigsäure 299; von Dulcin 312
Weinbukettstoffe, Bestimmung von Carbonsäureestern 299
Weinsäure, Nachweis in Obstsorten 297
Weizen, Bestimmung der Dehydrogenase-Aktivität in grünen Suspensionen 320
Weizenkeime, Nachweis von γ-Aminobuttersäure 301
Wismut, Eigenschaften des Di-β-naphthylthiocarbazons 44; Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210; Nachweis mit β-Naphthochinolin 295; spektralanalytische Bestimmung 200; papierchromatographische Bestimmung 430; R_f-Wert 96; amperometrische Bestimmung mit Mercaptobenzthiazollösung 367; Bestimmung mit Metallfarbindicatoren 209; Bestimmung in metallurgischen Erzeugnissen 53; in verschiedenen Legierungen 54; kleiner Mengen in Chrom-Nickellegierungen 59; Störung bei der Quecksilberbestimmung 128; Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung 5
Wismutnitrat, Nachweis von Chlor 425
Wismut-Uranlegierungen, Bestimmung von Uran 54
Wismutvanadat bei der gravimetrischen Bestimmung von Vanadinsäure 133
Wolfram, Reagentien aus den Heteropolysäuren von W 35; Bestimmung im Boden 69; bei der Kobaltbestimmung in Eisenlegierungen 376
Wolframat, papierchromatographische Bestimmung 431
Wolframkonzentrate, Bestimmung von Silicium 452
Wolframoxyd bei der Kobaltbestimmung in Eisenlegierungen 376
Wolframsäureanhydrid, Bestimmung von Silicium 452

Würste, Bestimmung von Nitrat in Rohwürsten 187; papierchromatographischer Nachweis von Polyphosphat 446; Nachweis von Zucker 446; von Stärkesirup 446

Xanthindehydrase, Bestimmung in Milch 448
Xanthurensäure, Bestimmung 154
Xanthydrol, zum Nachweis von Serotonin und anderen Indolkörpern 157
Xylenolorange als Metallfarbindicator 210
m-Xylenolpurpur, Verwendung als Metallfarbindicator 210
p-Xylol, Standardsubstanz in der Gaschromatographie 203

Yohimbin, Identifizierung und Abtrennung 144
Ytterbium, Abtrennung durch Ionenaustausch 129

Zahnreinigungsmittel, Anwendung der Schaumkraftzahl zur Beurteilung 74
Zeaxanthin, Analyse 449
Zentrifugierröhrchen, genaue Maße von Mikrozentrifugierröhrchen 120
Zichorie, Nachweis in Kaffee-Extrakten 447
Ziegenfleisch, Bestimmung des Eiweißgehaltes 309
Ziegenleber, Bestimmung des Eiweißgehaltes 309
Zigarettenrauch, Nachweis organischer Verbindungen 72; Untersuchung einiger Komponenten der Gasphase 72
Zimtsäure, Thermolysekurve der Verbindung mit Zirkonium 290; R_f-Wert 299
Zincon zur absorptiometrischen Bestimmung von Quecksilber 128
Zink, Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210; Stabilitätskonstanten verschiedener Polyaminkomplexe 260; quantitative Bestimmungsverfahren 285; Bestimmung 363; spektralanalytische Bestimmung 200; papierchromatographische Bestimmung 431; R_f-Wert 96; Ultramikrobestimmung auf Papier 285; polarographische Bestimmung 290; polarographische Untersuchung des Komplexes mit Pontachromviolett SW 211; amperometrische Titration mit Kaliumtetrarhodanomercurat(II) 126; radiochemische Mikrobestimmung 207; chelatometrische Bestimmung 211; polarographische Bestimmung in Erzen und technischen Produkten 378; Bestimmung in Be- und Th-Verbindungen 200; in Aluminiumlegierungen 372; in Injektionslösungen von Casein-Hydrolysaten 73; Störung bei der Quecksilberbestimmung 128; bei der komplexometrischen Zinnbestimmung 289; Bestimmung von Na und K in Gläsern neben Zink 386; von Kobalt neben Zink in Eisenkiesen und Zinkoxyd 359
Zinkelektrolyte, Bestimmung von Chlor 67
Zinkoxyd, Bestimmung von Kobalt 359
Zink-Spritzgußlegierungen, polarographische Bestimmung von Aluminium 372
Zinn, Redoxpotential von Sn^{II} zu Sn^{IV} 21; R_f-Wert 96; komplexometrische Bestimmung mit Brenzcatechinviolett als Indicator 289; Bestimmung in Nahrungsmitteln 296; von Zinn in reinen Zinnlösungen und in Legierungen 371; von Spuren in Raffinade-Kupfer 371; Bestimmung in Kupferlegierungen 370; Störung bei der Quecksilberbestimmung 128; Bestimmung geringer Bleimengen 373
Zinn(II), Nachweis 365; Druckfehlerberichtigung (Nachweis) 320
Zinn(IV), papierchromatographische Bestimmung 430
Zinnlegierungen, Bestimmung geringer Bleimengen 373
Zirkonium, Thermolysekurven von Niederschlägen mit organischen Säuren und Komplexbildnern 290; Farbreaktionen 350; Reaktion mit Metallfarbindicatoren 210; colorimetrische Bestimmung mit Fast Grey R. A. 1; Einfluß von Fremdionen auf die Bestimmung mit Fast Grey R. A. 4; R_f-Werte des Komplexes mit 1-Nitroso-2-hydroxy-3-naphthoesäure in verschiedenen Lösungsmittelsystemen 352; Trennung von Hafnium 130; Bestimmung in Erzen 452; Bestimmung von Sauerstoff und Wasserstoff durch Mikrovakuumschmelze 370
Zirkonium-Alizarinkomplex, zur Bestimmung von Fluor neben Phosphationen 382
Zirkoniumoxyd, spektralanalytische Bestimmung von Verunreinigungen 200
Zucker, Infrarotspektroskopie zur Bestimmung von Verunreinigungen 235;

spektrophotometrische Bestimmung 233; colorimetrische Bestimmung auf Papierchromatogrammen mit p-Anisidinhydrochloridreagens 234; chromatographische Schnelltrennung 234; Nachweis in der Wurst 446; Bestimmung reduzierender Zucker in Pflanzen und Nahrungsmitteln 300; Bestimmung in Zuckerrüben 70; Bestimmung von Blutzucker 156
Zuckerarten, Bestimmung in Obst und Gemüse 297
Zuckerchemie, Infrarotspektroskopie zum Nachweis von Verunreinigungen in Zuckern und Zuckerderivaten 235
Zuckerderivate, Infrarotspektroskopie zum Nachweis von Verunreinigungen 235
Zuckergemische, Bestimmung von Glucose 300
Zuckerrüben, Bestimmung von Zucker 70; der Dehydrogenase-Aktivität in grünen Suspensionen 320

3 8198 313 599 779
THE UNIVERSITY OF ILLINOIS AT CHICAGO